Boden Humus Pflanze Wasser	**Handbuch Forstliche Analytik**	BZE Level I+II Länder

Eine Loseblatt-Sammlung der Analysemethoden im Forstbereich

Herausgegeben vom Gutachterausschuss Forstliche Analytik

Grundwerk, Juni 2005, mit Ergänzungen 1 bis 5 (Oktober 2014)

(Ergänzungen und Korrekturen werden nur über die Internet-Seite des BMEL unter http://www.bmel.de/DE/Wald-Fischerei/01_Nachhaltige-Waldwirtschaft/Zustandserhebungen/_texte/Handbuch-Forstliche-Analytik.html bekannt gemacht und können von dort heruntergeladen werden!)

Fachliche Bearbeitung: Nils König, Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Göttingen

Mitglieder des Gutachterausschusses Forstliche Analytik:
Vorsitz:
Nils König, Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Göttingen
Stellvertreter:
Dr. Uwe Blum, Bayerische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft, Freising
Frank Symossek, Landesforstpräsidium Sachsen, Dresden
Mitglieder:
Dr. Bernd Bussian, Umweltbundesamt, Dessau
Dr. Klaus Furtmann, Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz NRW, Düsseldorf
Dr. Andrea Gärtner, Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz NRW, Essen
Dr. Katrin Groeticke, Landesbetrieb Hessisches Landeslabor, Kassel
Prof. Dr. Frank Gutwasser, Fachhochschule Eberswalde
Juliane Höhle, Johann-Heinrich v.Thünen-Institut, Institut f. Waldökosysteme, Eberswalde
Dr. Matthias Hauenstein, Landesamt für Geologie und Bergbau Rheinland-Pfalz, Mainz
Günter Kiesling, Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft, Jena
Uwe Klingenberg, LMS Agrarberatung GmbH LUFA, Rostock
Dr. Thomas Klinger, Institut für Bodenkunde und Standortslehre der TU Dresden, Tharandt
Dr. Thorsten Nack, Landeslabor Schleswig-Holstein, Neumünster
Manfred Stahn, Landesamt für Umwelt- und Arbeitsschutz, Saarbrücken
Gabriele Trefz-Malcher, Forstliche Versuchs- und Forschungsanstalt Baden-Württemberg, Freiburg
Klaus Wies, LUFA, Speyer

Zum Geleit

Im forstlichen Umweltmonitoring wie auch in vielen Bereichen der Waldökosystemforschung sind laboranalytische Methoden und Verfahren erforderlich, um den Zustand einzelner Kompartimente (Boden, Wasser, Luft, Pflanze) zu erfassen und die komplexen Zusammenhänge und Stoffflüsse in den Waldökosystemen aufzuspüren. Im Laufe der letzten Jahre und Jahrzehnte wurden dazu die unterschiedlichsten Methoden und Verfahren entwickelt und angewandt, z. T. mit labor- oder landesspezifischen Modifikationen.

Im gleichen Maße, wie sich die Messverfahren entwickelt haben und immer feiner messende Apparaturen zur Verfügung stehen, wurde jedoch auch deutlich, dass einerseits die mit verschiedenen Verfahren und Methoden erzielten Messwerte in vielen Fällen kaum noch vergleichbar sind. Gerade für überregionale Auswertungen und Vergleiche, z. B. auf Bundes- oder EU-Ebene ist die Vergleichbarkeit der Messwerte jedoch unerlässlich.
Unerlässlich ist jedoch auch eine umfassende, möglichst konkrete Beschreibung der Methoden, mit denen diese Messwerte erzielt wurden. Bislang wurden die angewandten Verfahren und Methoden nicht EDV-kompatibel dokumentiert und sind daher – anders als die Messergebnisse – in den meisten Datenbanken nicht abrufbar bzw. mit den Messergebnissen verknüpft. Bei überregionalen Auswertungen und Vergleichen musste daher ein erheblicher Recherchenaufwand betrieben werden, um diese Methodeninformation zu gewinnen.

Das nun vorliegende „Handbuch Forstliche Analytik“ ist ein wesentlicher Schritt, um die Vergleichbarkeit der Messwerte sowie ihre Methodendokumentation sicherzustellen. Es ist das Ergebnis der mehrjährigen intensiven Arbeit des Gutachterausschusses „Forstliche Analytik“ beim Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft. In diesem Ausschuss sind die forstlichen Forschungs- und Versuchsanstalten des Bundes und der Länder bzw. die Laborleiter der bei Bund und Ländern für die Analytik im forstlichen Umweltmonitoring zuständigen Dienststellen sowie die bodenkundlichen Lehrstühle der forstlichen Fakultäten der Universitäten vertreten.

Die Erarbeitung des Handbuches war für den Gutachterausschuss eine Schwerpunktaufgabe der letzten Jahre. In mehrjähriger intensiver engagierter Arbeit wurden die in Deutschland üblichen forstlichen Analysemethoden erfasst, überprüft, weiterentwickelt bzw. harmonisiert und dokumentiert. Hierzu erfolgten umfangreiche Methodenentwicklungen, Erprobungen und länderübergreifende Abstimmungen der verschiedensten Verfahren sowie die Entwicklung eines Methodencodes, der es ermöglicht, mit einer Kombination weniger Ziffern komplexe Laborverfahren umfassend und EDV-kompatibel zu beschreiben.

Mit dem Handbuch wurden wesentliche Voraussetzungen für die Durchführung der anstehenden Bodenzustandserhebung im Wald (BZE II) geschaffen. Darüber hinaus hat es jedoch auch grundsätzliche Bedeutung für die forstliche Analytik in Deutschland sowie für die Beiträge Deutschlands zu europaweiten Erfassungen und

insbesondere auch für die EU-weite Bodenzustandserhebung im Rahmen des EU-Programms „Bio-Soil“.

Das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft dankt allen Mitgliedern des Gutachterausschusses für die hervorragende Zusammenarbeit, die geleistete Arbeit insgesamt und die Mitwirkung an der Erarbeitung des Handbuchs. Damit wurde eine wesentliche Voraussetzung für das Gelingen der BZE II aber gleichzeitig auch zur Verbesserung der Analysequalität des gesamten forstlichen Umweltmonitorings geschaffen.
Mein besonderer Dank gilt Herrn Nils König, dem Vorsitzenden des Gutachterausschusses „Forstliche Analytik“, ohne dessen Federführung und unermüdliches Engagement dieses Handbuch nicht zustande gekommen wäre.

Bonn, im Juni 2005

Dorothea Steinhauser

für das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, Referat für Waldbau, Waldschutz, neuartige Waldschäden, Waldinventuren

Vorwort

zum Grundwerk 2005:

Der Gutachterausschuss „Forstliche Analytik" beim Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft (BMVEL) und vorher die AG Bodenanalyse und die AG Forstliche Analytik haben es sich zur Aufgabe gemacht, auf eine Vereinheitlichung der im Forstbereich angewandten Analysenmethoden hin zu wirken, um die Vergleichbarkeit und die Qualität von Analyseergebnissen zu verbessern. Dies ist sowohl für das bundesweite forstliche Umweltmonitoring als auch für bundes- oder europaweite Erhebungen wie die Bodenzustandserhebung (BZE) oder das EU-Level-I/II-Programm von großer Bedeutung. Aufgrund des Erfordernisses bundesweit harmonisierter Verfahren und Analysemethoden bei der BZE II hat das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft die Erstellung dieses Handbuch finanziell unterstützt.
Nach einer mehrjährigen Phase von Methodenentwicklungen, Tests und diversen, sich daran anschließenden Ringanalysen liegt nun mit diesem Handbuch Forstliche Analytik (HFA) eine erste Zusammenfassung aller im Forstbereich auf Bundes- und EU-Ebene zu verwendenden Analysemethoden vor.
Es wurden alle Methoden aufgenommen, die bei der 1. bundesweiten Bodenzustandserhebung [BZE (1)] und bei der geplanten 2. Erhebung [BZE (2)] zugelassen waren bzw. sind. Dazu kommen alle Methoden, die bei der 1. Europäischen Bodenzustandserhebung [Level I (1)] und bei der in 2006 im Rahmen des BioSoil-Programms geplanten 2. Erhebung (Level I (2)] zugelassen waren bzw. sind und auch beim europäischen Level-II-Programm, dem forstlichen Umweltmonitoring auf europäischer Ebene, Anwendung finden. Bei all diesen Methoden handelt es sich um in den jeweiligen Programmen verbindlich festgeschriebene Methoden.
Darüber hinaus wurden zahlreiche, nur in einzelnen Bundesländern verwendete Analysemethoden aufgenommen, die dort als Routineverfahren etabliert sind. Für diese Verfahrensbeschreibungen liegt die Verantwortung allein bei den jeweiligen mit forstlicher Analytik beauftragten Einrichtungen der Bundesländer. Sie sind im Inhaltsverzeichnis mit einem (L) markiert.
Alle Methodenbeschreibungen sind ähnlich wie VDLUFA-Methoden einheitlich aufgebaut und sollen als praktische Laboranleitung verwendet werden können. Deshalb wurden auch zahlreiche Hinweise und Anmerkungen aufgenommen, die die praktische Laborarbeit erleichtern können. Dort, wo eine DIN-, EN- oder ISO-Norm Grundlage des jeweiligen Verfahrens ist, wird dies durch den Hinweis „in Anlehnung an DIN EN ISO Nr.“ kenntlich gemacht. Sollte die entsprechende Norm bereits im Handbuch der Bodenuntersuchung (HBU) veröffentlicht sein, so wird auch darauf verwiesen. Bei Abweichungen von der Norm oder bei Einschränkungen wird der Hinweis „in Anlehnung an HBU Nr.“ gegeben.
Die aufgenommenen Elementbestimmungsmethoden werden nicht detailliert beschrieben, sondern sind lediglich in tabellarischer Form aufgelistet. Es wird jeweils nur auf die entsprechende Norm oder Verfahrensbeschreibung mit Literaturangabe hingewiesen und zusätzlich unter der Rubrik „Bemerkungen“ eine Verfahrenskurzbeschreibung und praktische Hinweise gegeben.
Um eine für langfristig angelegte Messprogramme besonders wichtige Methoden-Dokumentation zu ermöglichen, hat der Gutachterausschuss einen Methoden-Code

entwickelt, der es erlaubt, durch Angabe einer 25-stelligen Zahl alle Arbeitsschritte von der Probenvorbereitung über die Untersuchungsmethode bis zur Elementbestimmungsmethode des jeweiligen Parameters zu codieren. Wir hoffen, dass dieses Codierungsverfahren eine breite Anwendung findet und der Code als Zusatz zu jedem Analyseergebnis eines Parameters in Datenbanken aller mittel- und langfristigen Untersuchungsprogramme gespeichert wird. Auch bei Veröffentlichungen können mit diesem Code und dem Verweis auf das HFA in sehr kurzer Form alle bei der jeweiligen Untersuchung angewandten Analyseverfahren dokumentiert werden.
Das HFA soll in regelmäßigen Abständen vom Gutachterausschuss durch weitere Methoden ergänzt und Korrekturen und Ergänzungen an den bereits veröffentlichten Methoden vorgenommen werden.
Das gesamte Handbuch ist auf der Internet-Seite des BMELV (www.bmelv.de, Untermenü Forstwirtschaft, Untermenü Bodenzustandserhebung) veröffentlicht und kann dort als pdf-Datei heruntergeladen werden. Alle Ergänzungen und Korrekturen werden nur auf dieser Internet-Seite bekannt gemacht und können dort ebenfalls heruntergeladen werden.
Anträge auf Aufnahme von neuen Methoden können beim Gutachterausschuss über die/den jeweilige/n Vorsitzende/n gestellt werden. Dazu müssen die Methoden in der gleichen, in Abschnitte unterteilten Form, wie sie für alle Methoden des HFA verwendet wurden, eingereicht werden. Der Gutachterausschuss entscheidet dann in Rücksprache mit dem Antragsteller über gegebenenfalls nötige textliche Änderungen und die endgültige Aufnahme der Methode in das HFA.

Zum Schluss sei allen Personen, die an der Entstehung und Fertigstellung dieses Handbuches mitgewirkt haben, herzlich für ihre Arbeit gedankt. Besonders hervorzuheben ist dabei Herr Dr. Ulrich Bartels, der als stellvertretender Vorsitzender der AG forstliche Analytik mit seinen ersten Entwürfen die Grundlage für dieses Werk geschaffen hat.

Göttingen, im Juni 2005

Nils König
für den Gutachterausschuss Forstliche Analytik

Boden Humus Pflanze Wasser	**Gesamtinhaltsverzeichnis**	BZE Level I+II Länder

Teil A: Boden- und Humusuntersuchungen

Hinweis: *Kursiv* gesetzte Kapitel werden zu einem späteren Zeitpunkt in das Handbuch aufgenommen.

Verwendete Abkürzungen:

1. Matrix:
Boden = Mineralboden
Humus = Humusauflagen und Torf
Pflanze = Blätter, Nadeln, Äste, Wurzeln, Holz
Wasser = Wasserproben, Niederschläge, Kronentraufen, Bodenlösungen

2. Zulassung der Methode:
BZE = zugelassen bei deutschen BZE-Erhebungen (Bodenzustandserhebung)
Level I+II = zugelassen bei Level I+II-Untersuchungen auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
Länder = zugelassen in mind. einem Bundesland (in Klammern: Länderkürzel, s.u.)
BZE (1) = zugelassen nur bei der 1. BZE-Erhebung
BZE (2) = zugelassen nur bei der 2. BZE-Erhebung
Level I+II (1) = zugelassen nur bei der 1. Level I+II-Erhebung auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
Level I+II (2) = zugelassen nur bei der 2. Level I+II-Erhebung auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
BioSoil = europäische Level I Testerhebung; angewandt werden die Methoden mit der Kennzeichnung Level I+II (2)
Länder [L] = zugelassen nur in einem oder mehreren Bundesländern (Länder siehe Länderkürzel)
[L] = Hinweis auf Ländermethode im Inhaltsverzeichnis

3. Länderkürzel:
BB = Brandenburg
BE = Berlin
BW = Baden-Württemberg
BY = Bayern
HB = Bremen
HE = Hessen
HH = Hamburg
MV = Mecklenburg-Vorpommern
NI = Niedersachsen
NW = Nordrhein-Westfalen
RP = Rheinland-Pfalz
SH = Schleswig-Holstein
SL = Saarland
SN = Sachsen
ST = Sachsen-Anhalt
TH = Thüringen

Boden Humus	Inhaltsverzeichnis Teil A	BZE Level I+II Länder

Teil A: Boden- und Humusuntersuchungen

Boden Humus	Teil A1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Lagerung von Boden – und Humusproben vor der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10381-2 u. –6 und DIN ISO 18512	HBU: 11.1a; in Anlehnung an 2.3.1f u. 2.3.1g sowie 2.3.5c

1. Prinzip der Methode:

Feldfrische Boden- oder Humusproben werden gekühlt gelagert oder eingefroren, um Veränderungen des Probenmaterials möglichst gering zu halten.

2. Störungen:

Mikrobielle Prozesse in Boden- und Humusproben können zu Veränderungen einer Reihe von Parametern (z.B. Nitrat, pH, Ammonium etc.) führen. Diese Vorgänge können durch Probenkühlung oder Einfrieren vermindert bzw. unterdrückt werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum, Kühlschrank
Gefrierschrank
Geeignete Probengefäße (sind z.B. Plastikbeutel, Leinenbeutel oder Kunststoff-Dosen und –Flaschen)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

a. gekühlte Lagerung:

Die von der Probenahme eingehenden Boden- oder Humusproben werden in den verschlossenen und beschrifteten Probengefäßen (geeignet sind z.B. Plastikbeutel, Leinenbeutel oder Kunststoff-Dosen und -Flaschen) belassen, in Kunststoffkisten gelegt und dann im Kühlraum bei 4 ± 1 °C gelagert.

Anmerkungen:

1. Feuchte Humus- oder Bodenproben sollten möglichst nicht über längere Zeit (3-4 Wochen) gelagert werden! Ist eine längere Lagerung nicht zu vermeiden, müssen die Proben eingefroren werden.
2. Sollen an den feldfrischen Proben die Mikrobielle Biomasse bestimmt oder eine Gleichgewichtsbodenlösung (GBL) gewonnen werden, so sollte sich die Lagerung auf wenige Tage beschränken!

b. Einfrieren der Proben:

Die von der Probenahme eingehenden Boden- oder Humusproben werden in den verschlossenen und beschrifteten Probengefäßen (geeignet sind z.B. Plastikbeutel

oder Kunststoff-Dosen und -Flaschen) belassen und bei – 20°C eingefroren und im Gefrierschrank gelagert.

Anmerkungen:

1. Bodenproben sollten vor dem Einfrieren im Plastikbeutel zerdrückt werden, damit keine großen Klumpen beim Einfrieren entstehen.
2. Eingefrorene Humusproben sollten vor dem Auftauen im gefrorenen Zustand zerbröselt werden.
3. Die Auswahl der verwendeten Probengefäße richtet sich nach dem Untersuchungsprogramm der Proben. So dürfen z.B. keine Kunststoffgefäße verwendet werden, wenn bestimmte organische Parameter bestimmt werden sollen (siehe DIN EN ISO 10381-6 und DIN ISO 18512)

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN EN ISO 10381-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenahme, Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren
2. DIN EN ISO 10381-6, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit, Probenahme, Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden für die Bestimmung aerober mikrobieller Prozesse unter Laboratoriumsbedingungen
3. DIN ISO 18512, DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2009): Bodenbeschaffenheit - Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben (ISO 18512:2007), März 2009
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden L1.1 Boden, L2.1 Boden und L1.1 Humus, L2.1 Humus

Boden Humus	Lagerung von Boden- und Humusproben nach der Probenvorbereitung	BZE Level I+II
Norm: ---	**HBU: 11.1b**	

1. Prinzip der Methode:

Getrocknete und gesiebte oder gemahlene Proben werden in luftdichte Gefäße wie Weithals-Polyethylenflaschen oder Gefrierdosen abgefüllt und gelagert.

2. Störungen:

--

3. Geräte und Zubehör:

Lagerraum
Geeignete Probengefäße (z.B. Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die getrockneten unbehandelten, gesiebten oder gemahlenen Boden- oder Humusproben werden in Probengefäßen wie z.B. Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss (insb. für gemahlene Proben) abgefüllt, luftdicht verschlossen und die Gefäße wisch- und wasserfest beschriftet. Die Lagerung erfolgt dann in einem trockenen Probenlager.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden L3.1 Boden und L3.1 Humus

Boden Humus	Trocknung von Boden- und Humusproben (BZE)	BZE

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	HBU: 11.2a; in Anlehnung an 2.4.a

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Boden- oder Humusproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur getrocknet.

2. Störungen:

Werden Bodenproben bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet, so besteht die Gefahr der Veränderungen an Tonmineral-Zwischenschichtstrukturen, die sich auf das Austauschverhalten auswirken können. Außerdem besteht die Gefahr der Verflüchtigung von anorganischen Spurenstoffen wie z.B. Quecksilber. Bei Humusproben, die bei höheren Temperaturen als 60 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Geeignete Probengefäße (z.B. Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Kunststoff- oder Metallschalen, Kartons)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 **(HBU 2.4.a**) orientieren.
Die Boden- oder Humusprobe wird in einem geeigneten Gefäß (z.B. eine Kunststoff- oder Edelstahlschale oder ein Leinen- oder Kunststoffbeutel bzw. eine Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde) ausgebreitet, zerdrückt und zerkrümelt, damit keine großen, harten Trocknungsbrocken entstehen. Dann wird die Probe in dem jeweiligen Gefäß in den Trockenschrank gelegt und getrocknet. Für Bodenproben beträgt die Trocknungstemperatur 40 °C, für Humusproben 60 °C.
Nach 2-4 Tagen wird der Trocknungsgrad durch Zerkrümeln einzelner Brocken per Hand geprüft. Die Trocknung muss fortgesetzt werden, bis die Abnahme der Masse in 24 h unter 5 % liegt. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Bei Verwendung von Tüten oder Beuteln sollten diese geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefasst oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

3. Um die Bildung größerer, harter Klumpen beim Trocknen von sehr tonigen Proben zu vermeiden, ist es manchmal sinnvoll, das Material auch während des Trocknungsvorgangs zu zerkrümeln.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung EU-Methode (Kap. A1.2.2): Trotz der Trocknung von Humusproben bei 40 °C liefert die Methode im Wesentlichen vergleichbare Ergebnisse.

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode T3.1 Boden und T4.1 Pflanze

Boden Humus	Trocknung von Boden- und Humusproben (EU)	Level I+II

Norm: In Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: 11.2b; 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Boden- oder Humusproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur getrocknet.

2. Störungen:

Werden Bodenproben bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet, so besteht die Gefahr der Veränderungen an Tonmineral-Zwischenschichtstrukturen, die sich auf das Austauschverhalten auswirken können. Außerdem besteht die Gefahr der Verflüchtigung von anorganischen Spurenstoffen wie z.B. Quecksilber. Bei Humusproben, die bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Geeignete Probengefäße (z.B. Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Kunststoff- oder Metallschalen, Kartons)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die Boden- oder Humusprobe wird in einem geeigneten Gefäß (z.B. eine Kunststoff- oder Edelstahlschale oder ein Leinen- oder Kunststoffbeutel bzw. eine Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde) ausgebreitet, zerdrückt und zerkrümelt, damit keine großen, harten Trocknungsbrocken entstehen. Dann wird die Probe in dem jeweiligen Gefäß in den Trockenschrank gelegt und bei 40 °C getrocknet.
Nach 2-4 Tagen wird der Trocknungsgrad durch Zerkrümeln einzelner Brocken per Hand geprüft. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Bei Verwendung von Tüten oder Beutel sollten diese geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefasst oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung BZE-Methode (Kap. A1.2.1): Trotz der Trocknung von Humusproben bei 60 °C liefert die Methode annähernd vergleichbare Ergebnisse.

8. Literatur:

1. BMELF (Hrg.), (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden, S. 23 f.
2. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen

Boden Humus	Lufttrocknung von Boden- und Humusproben	Länder (RP)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	**HBU: 2.4.a**	

1. Prinzip der Methode:

Feldfrische Boden- und Humusproben werden durch Ausbreiten an der Luft getrocknet.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kunststoff-Schale
puderfreie Einweg-Handschuhe
Kunststoff-Messer und -Löffel

Anmerkungen:

1. Um eine rasche Trocknung zu gewährleisten, sollte die Kunststoff-Schale eine möglichst große Grundfläche und keinen hohen Rand aufweisen. Üblich bei Bodenproben ist eine Masse von 1 bis 2 kg. Zweckmäßig sind hierfür Schalen mit einer Grundfläche von mind. 60 x 40 cm und einer Höhe bis zu ca. 5 cm.
2. Das Material der Schale darf keine Substanzen freisetzen oder aufnehmen, die untersucht werden sollen. Im Allgemeinen sind Kunststoffe wie Polyethylen, Polystyrol oder Polypropylen am besten geeignet.
3. Es sind puderfreie Handschuhe zu verwenden, da Puder zu einer Kontamination der Probe führen kann (z.B. Zn).

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Der Raum, in dem die Proben trocknen sollen, sollte ausschließlich für diesen Zweck verwendet werden. Eine gute Belüftung ist zu gewährleisten, ohne das eine Kontamination der Probe durch Außen- oder Laboratoriumsluft erfolgen kann. Die Luftströmung muss so gering sein, dass Probenmaterial nicht verwehen kann. Damit die Oberflächentemperatur der Probe 40°C nicht überschreitet, ist die direkte Sonneneinstrahlung auf die Probe zu verhindern. Die Raumtemperatur darf ebenfalls nicht über 40°C liegen.
Boden- oder Humusproben werden auf einer Schale ausgebreitet und durchmischt. An der Schale ist eine Probenkennung anzubringen. Um mikrobielle Veränderungen insbesondere von sehr feuchten und/oder huminstoffreichen Proben zu vermeiden, muss für eine rasche Trocknung eine möglichst große Oberfläche geschaffen werden. Hierfür sollte die Schichtdicke der ausgebreiteten Probe 15 mm nicht über-

schreiten. Größere Bodenaggregate sind vorsichtig manuell zu zerkleinern. Es ist darauf zu achten, dass Material, das „naturbedingt“ >2 mm ist, nicht zerkleinert wird. Sehr plastisches (toniges) Probenmaterial kann im feldfrischen Zustand mit einem Kunststoff-Messer in Scheiben geschnitten werden.
Die Trocknungsdauer vermindert sich, wenn das Probenmaterial nach oberflächennaher Trocknung auf der Schale vorsichtig gewendet wird. Aufwirbeln von Probenmaterial muss dabei verhindert werden.
Die Trocknungsdauer hängt wesentlich vom Wassergehalt, der Korngrößenzusammensetzung, dem Gehalt an organischer Substanz der Probe, sowie der Schichtdicke und dem Zerkleinerungsgrad der ausgebreiteten Probe ab. Ferner spielen Raumtemperatur, Luftfeuchtigkeit und der Luftaustausch im Raum eine Rolle. Bei normalem Wassergehalt sind sandige Mineralbodenproben nach etwa 48 h, schluffig/lehmige Proben nach etwa 72 bis 96 h trocken. Bei hohem Gehalt an organischer Substanz und/oder Tongehalt kann eine Trocknungsdauer von über einer Woche erforderlich sein.
Bodenproben sind in der Regel lufttrocken, wenn das gesamte Probenmaterial nach Ablauf der oben genannten Richtzeiten eine einheitliche Bodenfarbe aufweist. Dunklere Bereiche deuten meist auf eine unvollständige Trocknung hin.
Nach DIN ISO 11646 gilt ein Probe als getrocknet, wenn die Abnahme der Masse innerhalb 24 h 5% nicht überschreitet.
Kann das Probenmaterial nach der Trocknung nicht zeitnah aufbereitet werden (Zerkleinerung aggregiertem Probenmaterial, Sieben, Mahlen) ist es abzudecken.

Anmerkungen:
1. Jeder Hautkontakt mit den Proben ist zu vermeiden. Hierfür sind puderfreie Einweg-Handschuhe zu verwenden.
2. Sollte der Verdacht erheblicher Belastungen bestehen, ist ein entsprechender Hinweis an der Schale anzubringen und ein sicherer Abstand zu anderen Proben einzuhalten.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Ausgabe:1996-12: Bodenbeschaffenheit - Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen (ISO 11464:1994)

Boden Humus	Siebung von Boden- und Humusproben	BZE (1) Level I+II (1)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	**HBU: 2.4.a**	

1. Prinzip der Methode:

Die getrocknete Probe wird manuell oder maschinell vorzerkleinert und durch ein 2 mm-Sieb trocken gesiebt. Eine Veränderung der Korngrößenzusammensetzung und damit auch der Oberflächen soll in diesem Probenvorbehandlungsschritt weitgehend vermieden werden.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

a.) manuelle Aufbereitung und Siebung

Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 mm, mit Auffangschale
Mörser und Pistille aus Porzellan oder Achat
Waage, Fehlergrenze 0,01g
ggf. Analysensiebmaschine
Kunststoffschüssel

b.) maschinelle Aufbereitung und Siebung:

Bodenmühle mit Bodensieb mit Trapezlochung, 2 mm
Staubabsaugung
ev. Backenbrecher

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 (**HBU 2.4.a**) orientieren.

a.) Vorzerkleinerung:

Enthält die Bodenprobe größere Bodenaggregate oder sind Bodenproben beim Trocknen sehr stark verbacken müssen sie vorzerkleinert werden. Dies kann manuell mit einem Mörser oder manchmal auch maschinell mit einem Backenbrecher geschehen.
Die getrocknete Bodenprobe wird gewogen und in Teilmengen in einen Mörser gegeben. Material, das einen erheblich größeren Durchmesser als 2 mm besitzt wird aussortiert und für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben. Dabei ist darauf zu achten, dass die Menge an anhaftendem Feinmaterial möglichst

gering ist. Bei hohem Grobbodenanteil kann eine Vorsiebung mit einer Maschenweite von 6,3 bis 10 mm die Aufbereitung vereinfachen.
Mit Hilfe eines Pistills erfolgt die schonende manuelle Zerkleinerung der Bodenaggregate im Mörser. Unter Bodenaggregate ist „verklumptes bzw. verbackenes" Probenmaterial zu verstehen, das „naturbedingt" einen Durchmesser ≤2 mm besitzt. Es ist darauf zu achten, dass Material mit einem „naturbedingt" größeren Durchmesser möglichst nicht zerkleinert wird. Sehr vorsichtig muss dabei bei Anwesenheit von Material mit geringer Härte (z.B. Carbonat-, Eisen-, Mangankonkretionen oder extrem verwittertes Festgestein) vorgegangen werden.

Anmerkungen:
1. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, dürfen sie wegen des Metallabriebs nur mit Backenbrechern mit Wolframcarbid-Backen vorzerkleinert werden!

<u>b.) Siebung:</u>
<u>1.) manuell</u>
Die getrocknete Boden- oder Humusprobe bzw. die gemörserte (Teil-)probe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich trocken durch das Sieb geschüttelt bzw. gerieben. Sollten im Siebrückstand noch Bodenaggregate >2 mm vorhanden sein, sind diese nochmals zu mörsern.
Der Siebrückstand wird für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben.
Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.

Sofern das Bodenprobenmaterial >2 mm (Siebrückstand) für weitere Untersuchungen benötigt wird, sollte es über Nacht in Wasser eingeweicht und anschließend mit einem 2 mm Sieb nass gesiebt werden. Damit wird anhaftendes Feinmaterial entfernt. Der getrocknete Siebrückstand kann anschließend gewogen und in Beziehung zur Originalprobe gesetzt werden. Mit diesem Ergebnis wird allerdings der Grobbodenanteil nicht genau genug abgeschätzt, da dafür in der Regel die übliche Probenmenge zu gering ist.

Bei Humusproben wird der Siebrückstand entweder verworfen oder muss maschinell mit geeigneten Geräten (Schneidmühle, Labormixer) je nach Ziel der weitergehenden Untersuchungen zerkleinert werden.

Anmerkungen:
1. Bei üblichen Massen von 1-3 kg ist die gesamte Probe zu zerkleinern und zu sieben. Ansonsten kann eine repräsentative Teilprobe herangezogen werden. Dies kann durch Viertelung oder Probenteilung mit einem Probenteiler (z.B. Riffelteiler) erfolgen.
2. Bei Tonschiefern reicht für die Nasssiebung eine Einweichzeit von 1 Std.
3. Sollen die Boden- oder Humusproben auf Schwermetalle untersucht werden, so dürfen keine Metallsiebe verwendet werden!

4. Schwer zu siebende Humusproben können mit einem 4 mm-Sieb vorgesiebt werden.
5. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

2.) maschinelle Siebung:

Alternativ zum Handsieb können Bodenproben auch mit einer sog. Bodenmühle gesiebt werden, bei der die trockene Probe mittels einer kreisenden Bürste durch ein Metallsieb gebürstet wird und das grobe Material incl. der Steine in einem getrennten Auffanggefäß gesammelt wird. Dabei ist entsprechend der Anleitung des Herstellers zu verfahren.

Anmerkungen:

1. Proben, die Nach DIN ISO 11464 gesiebt werden müssen, nicht mit der Bodenmühle bearbeiten, da das Sieb Trapezlochung statt Quadratlochung hat!
2. Stark verbackene Proben müssen mit einem Hammer oder einem Backenbrecher vorzerkleinert werden.
3. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, darf wegen des Metallabriebs nur eine Bodenmühle mit TiN-beschichtetem Siebblech verwendet werden.
4. Falls größere Mengen von bindigem Feinbodenmaterial an der Grob/Stein-Fraktion haften bleiben, muß eine manuelle Nachbearbeitung erfolgen, um diesen Anteil auch der Feinbodenfraktion zuzuführen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe
3. DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden SB1.1 Boden, SBP1.1 Boden, SBP2.1 Boden, SBP3.1 Boden und SBP1.1 Humus, SBP2.1 Humus, SBP3.1 Humus

Humus	Siebung von Boden- und Humusproben (BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	**HBU: 11.3a; in Anlehnung an 2.4.a**	

1. Prinzip der Methode:

Die getrocknete Bodenprobe wird manuell oder maschinell vorzerkleinert und durch ein 2 mm-Sieb trocken gesiebt. Eine Veränderung der Korngrößenzusammensetzung und damit auch der Oberflächen soll in diesem Probenvorbehandlungsschritt weitgehend vermieden werden.
Bei Humusproben werden Steine und organische Teile > 2 cm vor dem Sieben aussortiert und die Probe durch ein 2 mm Sieb gerieben.

2. Störungen:

organische Teile < 2 cm, die sich nicht durch das Sieb reiben lassen, müssen z. B. mit einer geeigneten Mühle auf 2 mm-Stücke vorzerkleinert und danach der gesiebten Humusprobe zugeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

a.) manuelle Aufbereitung und Siebung:

Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 mm, mit Auffangschale
ev. Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 cm, mit Auffangschale
Mörser und Pistille aus Porzellan oder Achat
Waage, Fehlergrenze 0,01g
ggf. Analysensiebmaschine
Kunststoffschüssel

b.) maschinelle Aufbereitung und Siebung:

Bodenmühle mit Bodensieb mit Trapezlochung, 2 mm
Staubabsaugung
ev. Schneidmühle mit 2 mm-Sieb
ev. Backenbrecher

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 (**HBU 2.4.a**) orientieren.

a.) Vorbereitung und Vorzerkleinerung:

a1.) Bodenproben:

Enthält die Bodenprobe größere Bodenaggregate oder sind Bodenproben beim Trocknen sehr stark verbacken müssen sie vorzerkleinert werden. Dies kann manuell mit einem Mörser oder manchmal auch maschinell mit einem Backenbrecher geschehen.

Die getrocknete Bodenprobe wird gewogen und in Teilmengen in einen Mörser gegeben. Material, das einen erheblich größeren Durchmesser als 2 mm besitzt wird aussortiert und für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben. Dabei ist darauf zu achten, dass die Menge an anhaftendem Feinmaterial möglichst gering ist. Bei hohem Grobbodenanteil kann eine Vorsiebung mit einer Maschenweite von 6,3 bis 10 mm die Aufbereitung vereinfachen.

Mit Hilfe eines Pistills erfolgt die schonende manuelle Zerkleinerung der Bodenaggregate im Mörser. Unter Bodenaggregate ist „verklumptes bzw. verbackenes“ Probenmaterial zu verstehen, das „naturbedingt“ einen Durchmesser ≤2 mm besitzt. Es ist darauf zu achten, dass Material mit einem „naturbedingt“ größeren Durchmesser möglichst nicht zerkleinert wird. Sehr vorsichtig muss dabei bei Anwesenheit von Material mit geringer Härte (z.B. Carbonat-, Eisen-, Mangankonkretionen oder extrem verwittertes Festgestein) vorgegangen werden.

a2.) Humusproben:

Bei den Humusproben werden zunächst die Steine und grüne Pflanzenteile aussortiert und verworfen. Danach werden alle organischen Teile > 2 cm von Hand aussortiert oder mit einem 2 cm-Sieb abgesiebt. Diese Fraktion > 2 cm wird entweder verworfen oder für weitere Untersuchungen (z.B. Humusvorrat) zurückgestellt.

Anmerkungen:

1. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, dürfen sie wegen des Metallabriebs nur mit Backenbrechern mit Wolframcarbid-Backen vorzerkleinert werden!

b.) Siebung:

b1.) Bodenproben

1.) manuelle Siebung:

Die getrocknete Bodenprobe bzw. die gemörserte (Teil-)probe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich trocken durch das Sieb geschüttelt bzw. gerieben. Sollten im Siebrückstand noch Bodenaggregate >2 mm vorhanden sein, sind diese nochmals zu mörsern.

Der Siebrückstand wird für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben.

Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.

Sofern das Bodenprobenmaterial >2 mm (Siebrückstand) für weitere Untersuchungen benötigt wird, sollte es über Nacht in Wasser eingeweicht und anschließend mit einem 2 mm Sieb nass gesiebt werden. Damit wird anhaftendes Feinmaterial entfernt. Der getrocknete Siebrückstand kann anschließend gewogen und in Beziehung zur Originalprobe gesetzt werden. Mit diesem Ergebnis wird allerdings der Grob

bodenanteil nicht genau genug abgeschätzt, da dafür in der Regel die übliche Probenmenge zu gering ist.

2.) maschinelle Siebung:

Alternativ zum Handsieb können Bodenproben auch mit einer sog. Bodenmühle gesiebt werden, bei der die trockene Probe mittels einer kreisenden Bürste durch ein Metallsieb gebürstet wird und das grobe Material incl. der Steine in einem getrennten Auffanggefäß gesammelt wird. Dabei ist entsprechend der Anleitung des Herstellers zu verfahren.

Anmerkungen:

1. Proben, die Nach DIN ISO 11464 gesiebt werden müssen, nicht mit der Bodenmühle bearbeiten, da das Sieb Trapezlochung statt Quadratlochung hat!
2. Stark verbackene Proben müssen mit einem Hammer oder einem Backenbrecher vorzerkleinert werden.
3. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, darf wegen des Metallabriebs nur eine Bodenmühle mit TiN-beschichtetem Siebblech verwendet werden.
4. Falls größere Mengen von bindigem Feinbodenmaterial an der Grob/Stein-Fraktion haften bleiben, muß eine manuelle Nachbearbeitung erfolgen, um diesen Anteil auch der Feinbodenfraktion zuzuführen.
5. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

b2.) Humusproben:

Die getrocknete Humusprobe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich durch das Sieb gerieben.

Organische Teile, die nicht durch das Sieb gerieben werden können, müssen mit einem geeigneten Mahlgerät (z.B. Schneidmühle mit 2 mm-Sieb) auf 2 mm zerkleinert und das Material der Gesamtprobe zugeführt werden.

Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.

Anmerkungen:

1. Bei üblichen Massen von 1-3 kg ist die gesamte Probe zu zerkleinern und zu sieben. Ansonsten kann eine repräsentative Teilprobe herangezogen werden. Dies kann durch Viertelung oder Probenteilung mit einem Probenteiler erfolgen.
2. Sollen die Humusproben auf Schwermetalle untersucht werden, so dürfen keine Metallsiebe und keine Mühlen, die Metallabrieb haben, verwendet werden!
3. Schwer zu siebende Humusproben können mit einem 4 mm-Sieb vorgesiebt werden.
4. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a. Methode A1.3.1 (BZE I): Siehe Anhang 1

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe
3. DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Auswirkungen der unterschiedlichen Siebmethoden für Humusproben bei der BZE I und II auf die Vorratsberechnungen in der Humusauflage

1. Problemstellung:

Die Siebverfahren für Humusproben haben sich zwischen der BZE I und II verändert. Bei der BZE I wurde der Siebrest über 2 mm verworfen (Methode A1.3.1), während bei der BZE II die Siebrestfraktion 2-20 mm zerkleinert und zum 2 mm-Siebdurchgang zugegeben wurde. Da die Fraktion 2-20 mm eher holzartig (teilzersetzte kleine Äste, Zapfen, Bucheckern etc) und damit – zumindest in der L- und F-Lage - oft C-reicher und nährstoffärmer ist, kann die Zumischung dieser Fraktion zum Siebdurchgang zu einer „Verdünnung" der Probe im Hinblick auf die Nährstoff- und auch die Schwermetall-Gehalte führen. Da die Humusvorräte aus den Gesamt-Humusmengen und den Gehalten der gesiebten Proben ermittelt werden, führen die unterschiedlichen Siebmethoden zu unterschiedlichen Ergebnissen bei der Vorratsberechnung.

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A1.3.1:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Sieben (und Reiben) der gesamten Humusprobe durch ein 2 mm-Sieb, Verwerfen des Siebrests

b. **A1.3.2:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Sieben (und Reiben) der gesamten Humusprobe durch ein 2 mm-Sieb, Sieben des Siebrests durch ein 2 cm-Sieb, Schreddern der Fraktion 2-20 mm und Zugabe des Materials zum 2 mm-Siebdurchgang

2. Durchführung:

Es wurden ca. 180 Siebrückstände von 6 niedersächsischen Level II-Standorten mit den Baumarten Fichte, Kiefer, Eiche und Buche mengenmäßig erfasst und getrennt vom Siebdurchgang chemisch analysiert. Es wurden die Gehalte der Gesamtprobe (Siebdurchgang + Fraktion 2-20 mm) berechnet und mit denen des Siebdurchgangs verglichen. Danach wurden auf der Basis der Humusmengen Nährstoff- und Schwermetallvorräte so berechnet, als seien die Proben nach den Vorgaben der BZE I bzw. denen der BZE II vorbereitet und analysiert worden.

3. Ergebnisse:

Die Siebrückstände 2-20 mm nehmen von der L (Ol)- über die Of- zur Oh-Lage stark ab: von 50 bis 70 % in der L-Lage über 20 bis 30 % in der Of-Lage zu 10 bis 20 % in der Oh-Lage von der jeweiligen Gesamtmenge der Humusauflage (siehe Graphik 1). Daher wirkt sich die Zumischung der Fraktion 2-20 mm zum Siebdurchgang in den Humuslagen unterschiedlich aus. Während für die Nährstoffe Ca, Mg oder K die Gehalte im Siebdurchgang (= Probe) in der L-Lage je nach Baumart um 10 bis 30 % höher liegen als in der Gesamtprobe, ist dies in der Of-Lage kaum noch der Fall (+/-

10 %) und in der Oh-Lage teilweise sogar umgekehrt (+ 5/-10%), je nach Baumart (siehe Graphiken 2 bis 5). Die Schwermetalle verhalten sich ähnlich.
Berechnet man die Gesamthumusvorräte (Summe der 3 Lagen) und vergleicht die auf Basis der Gehalte des Siebdurchgangs ermittelten Vorräte mit denen auf der Basis der Gehalte der Gesamtprobe ermittelten Vorräte, so zeigt sich, dass die Vorräte auf der Basis der Siebdurchgangsgehalte je nach Baumart und Standort bis zu 10 % höher liegen können (Graphik 6 bis 8). In dieser Größenordnung bewegt sich damit der Fehler beim Vergleich von Humusvorräten zwischen BZE I und II. Es empfiehlt sich, hier nur Gesamthumusvorräte zu vergleichen, da die Abweichung bei den einzelnen Lagen deutlich höher sein kann.

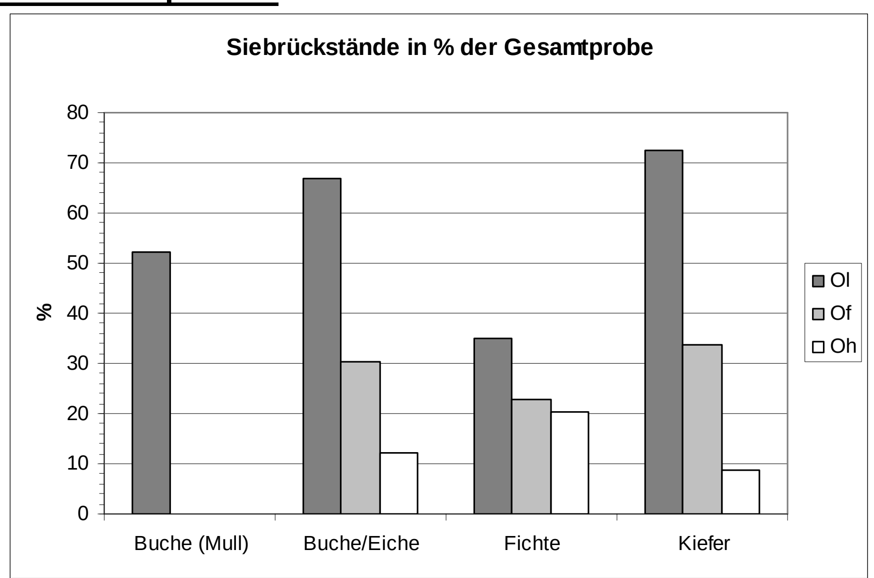
4. Literatur:

---

5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Graphiken:



Graphik 1:
Massenanteil des Siebrückstands (2-20 mm) in % an der Gesamtprobe

Graphik 2:

L-Lage Harste Buche (Mull), % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=6

Graphik 3a:

L-Lage Buche/Eiche, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=5

Graphik 3b:

Of-Lage Buche/Eiche, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=7

Oh-Lage Buche/Eiche, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=12

Graphik 3c:

L-Lage Fichte, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=47

Graphik 4a:

Of-Lage Fichte, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=41

Graphik 4b:

Oh-Lage Fichte, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=34

50 45 40 35 30 25 20 15 10 5 0 -5 -10 -15 -20

Al Ca Cges Fe K Mg Mn Na Nges Pges Sges Cd Co Cr Cu Ni Pb Zn

Graphik 4c:

L-Lage Kiefer, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=5

50 45 40 35 30 25 20 15 10 5 0 -5 -10 -15 -20

Al Ca Cges Fe K Mg Mn Na Nges Pges Sges Cd Co Cr Cu Ni Pb Zn

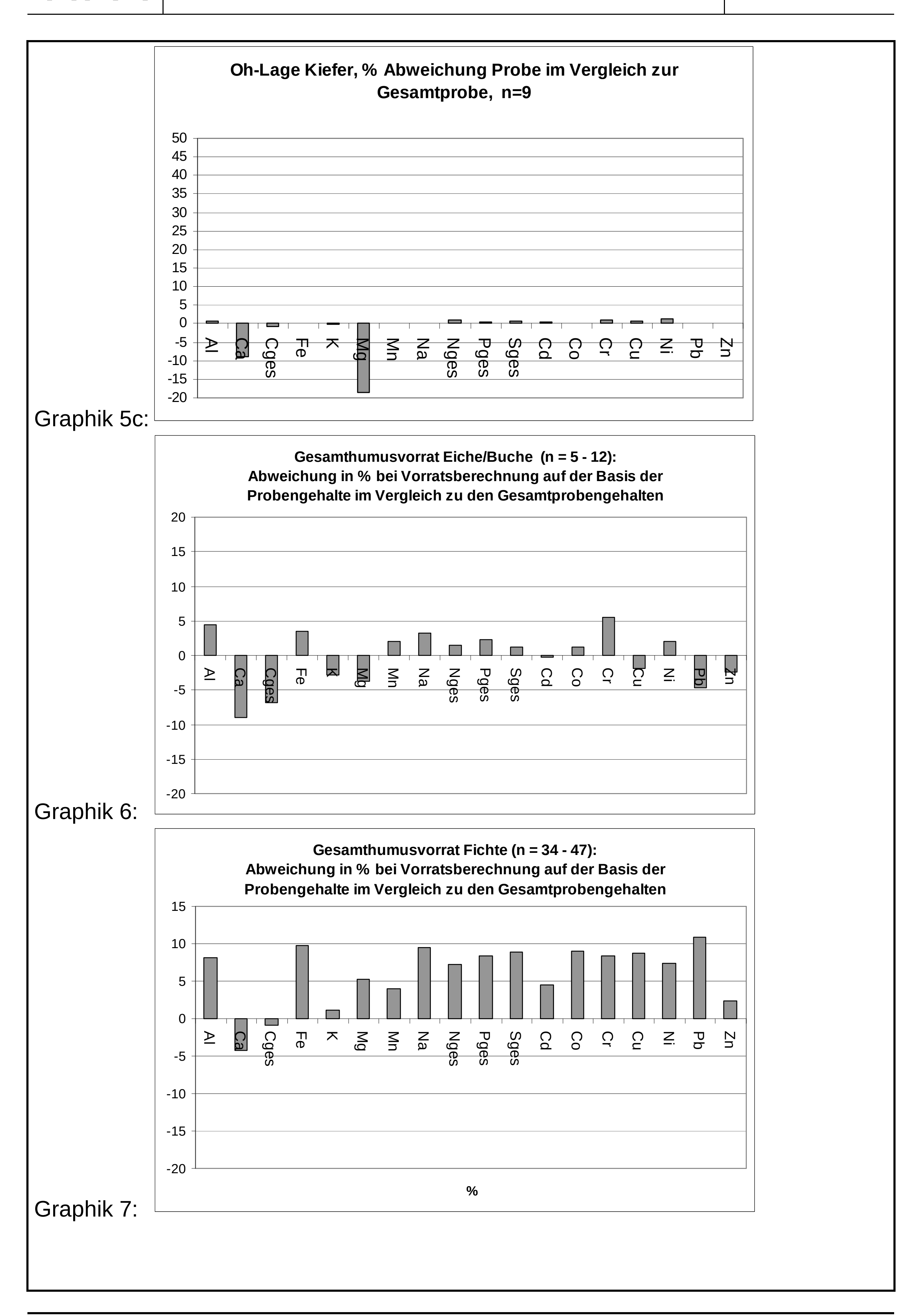
Graphik 5a:

Of-Lage Kiefer, % Abweichung Probe im Vergleich zur Gesamtprobe, n=7

50 45 40 35 30 25 20 15 10 5 0 -5 -10 -15 -20

Al Ca Cges Fe K Mg Mn Na Nges Pges Sges Cd Co Cr Cu Ni Pb Zn

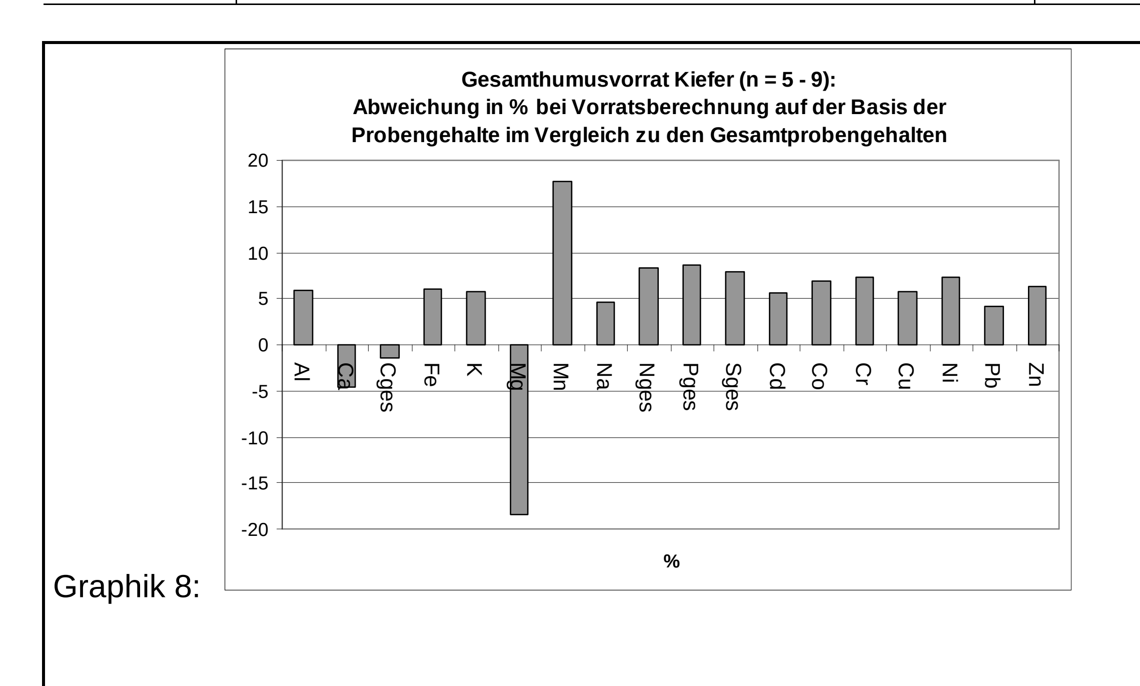
Graphik 5b:



Graphik 5c:

Graphik 6:

Graphik 7:


Gesamthumusvorrat Kiefer (n = 5 - 9):
Abweichung in % bei Vorratsberechnung auf der Basis der Probengehalte im Vergleich zu den Gesamtprobengehalten
20
15
10
5
0
-5
-10
-15
-20
Al
Ca
Cges
Fe
K
Mg
Mn
Na
Nges
Pges
Sges
Cd
Co
Cr
Cu
Ni
Pb
Zn
%

Graphik 8:

Boden Humus	Mahlen von Boden- und Humusproben	BZE Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	**HBU: 11.4a; 2.4.a**	

1. Prinzip der Methode:

Eine Teilprobe der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe wird in einer Kugel- oder Scheibenschwingmühle gemahlen. Der Mahlvorgang ist so durchzuführen, dass das Material analysenfein (< 60 µm) gemahlen sind.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kugelmühle
Achat- oder Zirkonoxidbecher
Achat- oder Zirkonoxidkugeln
Scheibenschwingmühle
Achatscheiben
Ultrazentrifugalmühle mit Titanwerkzeugen (nur für Humusproben)
Pinsel
Pulvertrichter

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen sollte sich nach DIN ISO 11464 **(HBU2.4.a)** richten.

a.) Mahlen mit der Kugelmühle:

In die Mahlbecher einer Kugelmühle werden zunächst die Mahlkugeln (in der Regel 6 Stück der auf die Becher abgestimmten Größe) und dann soviel Material der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe eingefüllt, bis der Becher maximal 2/3 gefüllt ist. Dabei ist darauf zu achten, dass eine repräsentative gesiebte Teilprobe für die Mahlung verwendet wird (siehe Anhang 1.) Anschließend werden die Becher mit den Dichtungsringen und Deckeln verschlossen, in die Halterungen der Mühle gestellt und mit der Spannvorrichtung befestigt. Die Mühle wird geschlossen und nach Einstellen der Zeitschaltuhr (in der Regel 10 min.) angestellt. Nach Beendigung des Mahlvorgangs und Stillstand der Mühle werden der Deckel der Mühle geöffnet, die Spannvorrichtungen gelöst und die Mahlbecher entnommen. Die Kugeln werden aus den Bechern genommen und das anhaftende Mahlgut mit einem Pinsel abgepinselt. Dann wird das Mahlgut mit Hilfe des Pinsels in ein Probengefäß abgefüllt. Anschließend werden die Becher und Kugeln für den nächsten Mahlvorgang gründlich gereinigt (Nassreinigung und anschl. Trocknung).

Anmerkungen:

1. Achat- und Zirkonoxid-Becher sind für das Mahlen von Proben für die Schwermetallanalyse geeignet, da der SiO_2-Abrieb der Achatbecher und der minimale Abrieb der Zirkonoxidbecher schwermetallfrei sind.
2. Bei der Bestückung der Mühle ist darauf zu achten, dass die gegenüber liegenden Positionen stets mit Bechern gleicher Größe belegt sind, um ausgeglichene Gewichtsverhältnisse zu haben. Ggf. müssen leere Becher eingesetzt werden.
3. Vor Inbetriebnahme der Mühle muss stets geprüft werden, ob alle Becher mit den Spannvorrichtungen richtig befestigt sind.

b.) Mahlen mit der Scheibenschwingmühle:

Bei Mahlen von Mineralbodenproben sollte mit ca. 1.400 U/min, beim Mahlen von Humusproben mit ca. 700 U/min gearbeitet werden. Die Mahldauer liegt bei 1-2 min.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe
3. DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden MBP1.1 Boden, MBP2.1 Boden, MBP3.1 Boden und MBP1.1 Humus, MBP2.1 Humus, MPB3.1 Humus

ANHANG 1

König, N. (2014):

Vergleich von Methoden zur Gewinnung einer repräsentativen gesiebten Teilprobe für die Mahlung bei Humusproben und C_{org}-reichen Bodenproben

1. Problemstellung:

Für das Mahlen von Humus- oder Bodenproben wird eine Teilprobe der gesiebten Probe verwendet. Diese Teilprobe muss repräsentativ für die gesiebte Probe sein. Bei Humusproben und C_{org}-reichen Bodenproben (C > 10 %) kann es im Vorratsgefäß zu einer Trennung von leichtem organischen und schwererem mineralischen Material kommen. Das leichte organische Material reichert sich im oberen Teil des Probengefäßes an. Nimmt man eine Teilprobe aus dem oberen Teil des Gefäßes, so kann diese bis zu doppelt so viel C_{org} enthalten wie eine Probe vom Boden des Gefäßes. Diese Problematik wird deutlich an Nachanalysen, die an 30 Humusproben der BZE I aus Sachsen-Anhalt durchgeführt wurden. Dabei wurde eine Teilprobe der gelagerten gesiebten Probe genommen und für die C-Analyse gemahlen. Die Abweichungen zwischen Alt- und Neuanalyse lagen bei bis zu 160 % (Graphik 1). Dagegen führt die Nachanalyse der bereits gemahlenen Proben zu sehr gut reproduzierbaren Ergebnissen (siehe Graphik 2).

2. Durchführung:

An 6 Humus- und 2 C_{org}-reichen Bodenproben wurden Teilproben für die Mahlung zum einen mittels eines Probenteilers (je 4 Teilproben) und zum anderen durch ausgiebiges Umrühren der Probe im Probengefäß und Entnahme einer Teilprobe mit einem Probenlöffel (je 3 Teilproben) gewonnen. Anschließend wurden die Teilproben gemahlen und ihr C_{ges}-Gehalt bestimmt.

3. Ergebnisse:

Bei den handverrührten Proben lag der Variationskoeffizient im Mittel bei 3,5 % und bei den Probenteiler-Proben bei 2,6 % bzw. 1,4 % nach Eliminierung eines Ausreißers (siehe Tabelle 1). Dieses Ergebnis zeigt, dass neben der Probenteiler-Methode auch die Probenlöffel-Methode geeignet ist, eine repräsentative Teilprobe für die Mahlung zu gewinnen. Allerdings ist ein sehr intensives Rühren der Probe in einem Gefäß, das der Probemenge angepasst ist, nötig; das Gefäß muss zu ca. 70 % durch die Probe gefüllt sein. Verteilt sich bei kleinen Probenmengen die Probe nur auf dem Gefäßboden, so kann mit dem Löffel keine repräsentative Probe genommen werden. (Dies war zum Teil das Problem bei den Proben der Graphik 1.) In solchen Fällen sollte die gesamte gesiebte Probe gemahlen werden.

4. Literatur:

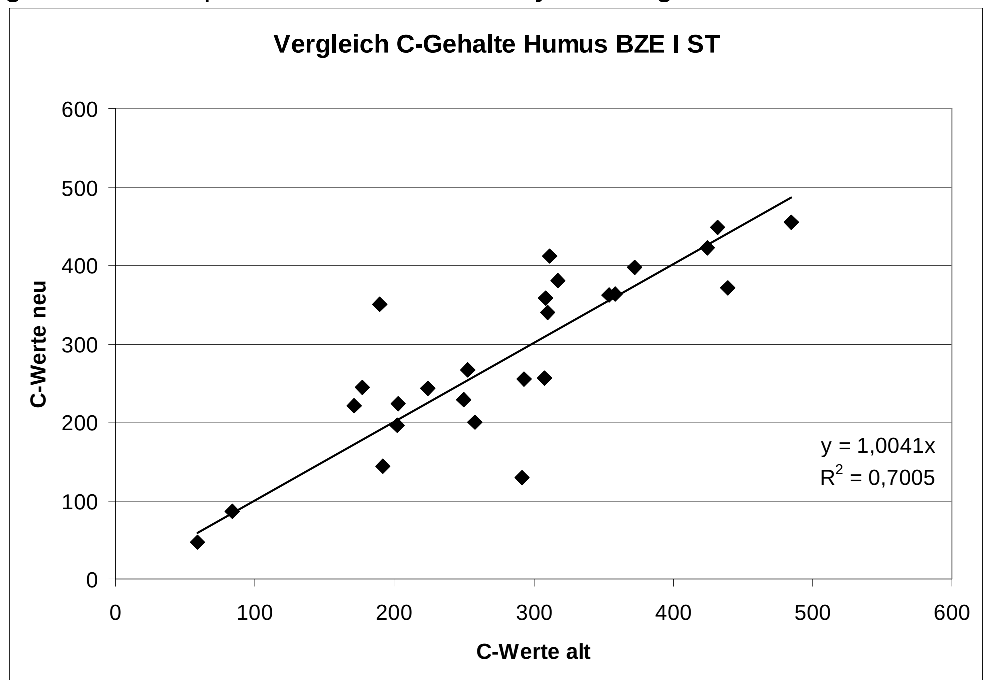
---

5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Graphiken:

Graphik 1: Vergleich der C_{ges}-Gehalte von Altproben und aus Altproben abgefüllten gesiebten Teilproben, die für die Analyse neu gemahlen wurden



Graphik 2: Wiederholung der C_{ges}-Bestimmung an gemahlenen Humusproben

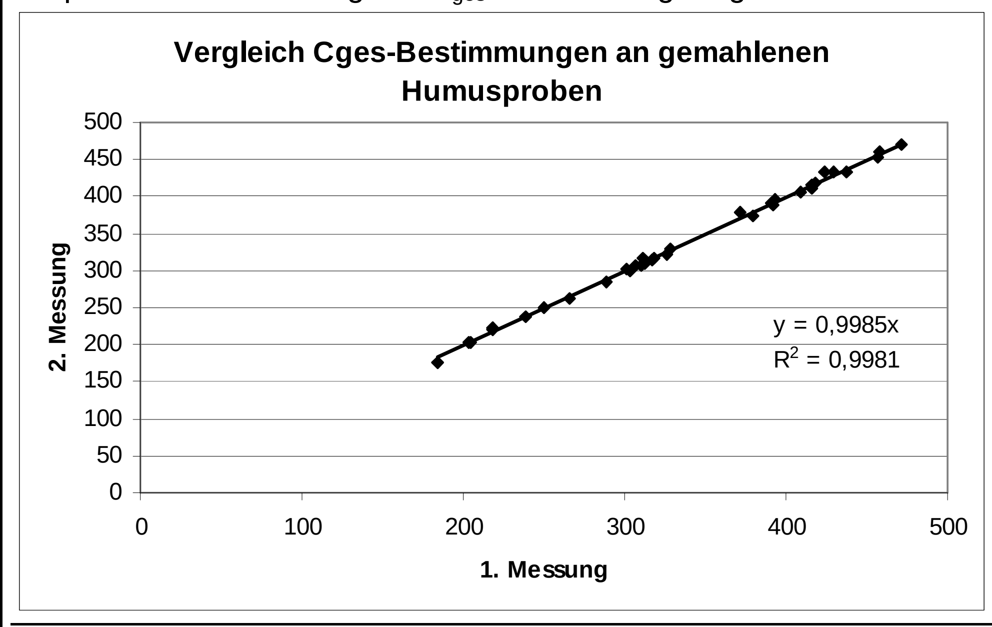


Tabelle 1: Variation der C_{ges}-Gehalte bei unterschiedlicher Teilprobengewinnung

Nr	Handrührung und Entnahme					Proben-teiler					
	1	2	3	MW	CV (%)	1	2	3	4	MW	CV (%)
Humus											
1	12,40	12,20	11,78	12,13	**2,6**	11,94	12,19	12,02	11,93	12,02	**1,0**
2	14,16	14,07	13,17	13,80	**4,0**	13,42	14,48	13,92	14,11	13,98	**3,2**
3	30,43	33,06	33,52	32,33	**5,2**	34,04	34,01	34,54	34,11	34,17	**0,7**
4	26,44	23,78	26,30	25,51	**5,9**	27,59	27,52	27,40	27,14	27,41	**0,7**
5	45,90	46,29	46,15	46,11	**0,4**	46,07	46,19	46,13	45,95	46,08	**0,2**
6	18,41	19,70	19,04	19,05	**3,4**	19,55	19,78	20,20	19,59	19,78	**1,5**
Boden											
1	2,10	2,25	2,05	2,13	**4,9**	2,06	2,14	2,31	2,62	2,28	**10,8**
2	3,92	3,87	4,01	3,93	**1,9**	4,24	4,04	4,13	4,27	4,17	**2,5**
		MW:			**3,5**			MW:			**2,6**
								MW ohne Ausreißer:			**1,4**

Boden Humus	Teil A2: Bestimmung bodenphysikalischer Parameter	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	**Wassergehalt**	**BZE Level I+II**

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11465	**HBU: 11.10a; 5.1.3.1.a**

1. Prinzip der Methode:

Der Wassergehalt wird durch Trocknen der luftgetrockneten oder bei 40 °C (Boden) bzw. 60 °C (Humus) vorgetrockneten Probe bei 105 °C und Wiegen der Probe vor und nach der Trocknung bestimmt.
Mit dem Korrekturfaktor F, der aus dem so ermittelten Wassergehalt (Masse-%) berechnet wird, können Elementgehalte von vorgetrockneten Proben auf absolut trockene Proben umgerechnet werden.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen. Diese Verluste werden dann als Wasser berechnet.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Exsikkator mit Trocknungsmittel
Bechergläser, Wägeschälchen
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,01 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A.1.2.1 bzw. A.1.2.2 (EU)

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11465 (**HBU 5.1.3.1.a**) orientieren.

a.) Wassergehaltsbestimmung:

Ein Aliquot der bei 40°C vorgetrockneten Bodenmischprobe bzw. der bei 60 °C vorgetrockneten Humusprobe wird in ein Becherglas oder Wägeschälchen eingewogen und im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet:
Die Waage auf Null tarieren. Das Becherglas auf die Waage stellen und das Gewicht (GB) *Becher leer* notieren.
Die Waage mit aufgestelltem Becherglas auf Null tarieren. In das Becherglas ca. 10 g feldfrischen Boden einwiegen. Das Gewicht (GPF) *Probe feucht* notieren.
Die Bechergläser mit den eingewogenen Proben bei 105 °C in den Trockenschrank stellen und 12-24 Stunden bis zur Gewichtskonstanz trocknen.

Die heißen Proben mit einer Tiegelzange in den Exsikkator stellen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
Nach dem Abkühlen die Bechergläser mit der Probe auf 0,01 g genau auswiegen. Das Gewicht (GPT+GB) *Probe trocken u. Becher* notieren.
Die Differenz zwischen vorgetrockneter und absolut trockener Probe bezogen auf absolut trockene Probe ergibt den Wassergehalt.

$$WG = \frac{GPF - ((GPT + GB) - GB)}{(GPT + GB) - GB} * 100 = \frac{GPF - GPT}{GPT} * 100$$

WG = Wassergehalt (Masse-%), GPF = Gewicht Probe feucht (g), GPT = Gewicht Probe trocken (g), GB = Gewicht Becher (g)

Anmerkungen:
1. Bei Proben, bei denen nur wenig Material vorhanden ist, sollten zur Wassergehaltsbestimmung mindestens 1 g eingewogen werden.

b) Ermittlung des Korrekturfaktors F für absolut trockene Proben (BZE, Level I +II)
Der Korrekturfaktor F wird wie folgt ermittelt wird:

$$F = \frac{100 + WG}{100}$$

F = Korrekturfaktor, WG = Wassergehalt (Masse-%)

Anmerkungen:
1. Bei Level II-Erhebungen ist die Berücksichtigung des Wassergehalts bei Elementgehaltsangaben vorgeschrieben.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
Berücksichtigung des Wassergehalts: Die Elementgehaltsangaben bei der BZE und bei Level-I+II-Erhebungen unterscheiden sich um ± 5%, da bei der BZE für Humus und Boden keine Wassergehaltsbestimmung vorgesehen ist.

9. Literatur:
1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden; Bonn
2. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1994): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung; Bonn
3. DIN ISO 11465, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren

Boden	Trockenraumdichte (TRD BZE 1)	BZE (1)

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272 | **HBU: 5.1.2.2a**

1. Prinzip der Methode:

Bei der Bestimmung der Trockenraumdichte (TRD) wird mit einem Stechzylinder im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Dichte des trockenen Bodens bestimmt werden.

2. Störungen:

Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich. Eine Abschätzung der Trockenraumdichte im Gelände kann hier zu repräsentativeren Ergebnissen führen.
Die Bestimmung der Trockenraumdichte ist fehlerhaft, wenn nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.
Die Stechzylinderprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.
Die Trockenraumdichte wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD = \frac{M}{V}$$

TRD = Trockenraumdichte (g/cm^3), M = Masse des bei 105 °C getr. Bodens (g), V = Volumen der Probe (cm^3)

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1990): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung
2. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte

Boden	Feinbodenmenge und Feinbodenanteil (BZE 1)	BZE (1)

Norm: ---	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:
Zur Bestimmung des Feinbodenanteils werden die Steine einer bei 105 °C getrockneten Stechzylinderprobe vom Feinboden durch Sieben abgetrennt und durch Waschen von anhaftendem Boden befreit. Aus der Differenz zwischen dem Gewicht der Gesamtprobe und dem Steingewicht ergibt sich der Feinbodenanteil.

2. Störungen:
Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich. Eine Abschätzung im Gelände kann hier zu repräsentativeren Ergebnissen führen.

3. Geräte und Zubehör:
Trockenschrank
Metallsieb 2 mm (oder Bodenmühle mit 2 mm Sieb)
Waage Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:
Leitungswasser

5. Lösungen:
---

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methode A.2.2

7. Durchführung:
a) Bestimmung des Feinbodenanteils mit Handsieb
Die bei 105 °C getrocknete Stechzylinderprobe wird gewogen und die größeren Steine werden mit einem 2 mm Sieb vom Feinboden getrennt. Der Siebrückstand wird gespült, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Die im Sieb verbleibenden Steine (Skelettanteil des Bodens) werden in ein Becherglas geschüttet und bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.

Anmerkungen:
1. Wenn die Stechzylinderprobe durch das Trocknen stark zusammenbackt, kann es sinnvoll sein, die Probe mit einem Backenbrecher vor dem Sieben zu zerkleinern. Dafür sollten die großen Steine vorher aussortiert sein.
2. Bei nicht bindigen Böden (Sand) kann das Waschen und Trocknen der Steine entfallen.

b) Bestimmung des Feinbodenanteils mit einer Bodenmühle

Bei der Bodenmühle die Boden-Auffangschublade unter dem Gerät befestigen, die Staubabsaugung einschalten und die trockene Stechzylinderprobe in den Einfülltrichter füllen, bis dieser maximal bis zum Rand gefüllt ist (maximale Füllmenge ca. 500 g). Danach Deckel des Trichters schließen. Die Schaltuhren „high speed time" und „low speed time" einstellen (ca. 30 s und 15 s). Mühle durch Drücken der Starttaste in Betrieb setzen. Die Mühle läuft zunächst mit hoher Geschwindigkeit (high speed), um die Probe durch das Sieb zu bürsten und anschließend mit langsamer Geschwindigkeit (low speed), um Steine und nicht zerkleinertes Material in die Steinschublade auszukehren.

Nach Stillstand der Mühle die Steine aus der Steinschublade entnehmen und auf ein 2 mm Sieb schütten. Die Bodenprobe aus der Boden-Auffangschublade auf ein 2 mm Metallsieb schütten und soviel Feinmaterial wie möglich absieben und verwerfen. Die Steine und den Siebrückstand mit warmem Wasser solange waschen, bis der anhaftende Boden vollständig entfernt ist. Die Steine in Bechergläser füllen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Die Steine auf 0,1 g genau wiegen.

Anmerkungen:

1. In die Bodenmühle sollten keine stark verbackenen Proben eingefüllt werden, da diese das Sieb zerstören können. Stark verbackene Proben werden in einem Leinenbeutel o.ä. mit einem Gummihammer vorsichtig vorzerkleinert.

c) Berechnung des Feinbodenanteils:

Der Feinbodenanteil (FBA) errechnet sich wie folgt:

$$FBA = \frac{(TG - SG) * 100}{TG}$$

FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), TG = Trockengewicht der Gesamtprobe (g), SG = Steingewicht (g)

d) Berechnung der Feinbodenmenge:

Die Feinbodenmenge (FBM) errechnet sich aus der Trockenraumdichte, dem Feinbodenanteil und der Schichtmächtigkeit:

$$FBM = \frac{TRD * FBA * F * M}{100}$$

FBM = Feinbodenmenge (t), TRD = Trockenraumdichte (t/m^3),
FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), F = Flächengröße (m^2),
M = Horizont- oder Schichtmächtigkeit (m)

e) Berechnung der Feinbodenmenge bei nicht repräsentativen Stechzylinderproben:

Bei einem hohen Skelettanteil lassen sich meist keine repräsentativen Proben zur Bestimmung des Skelettgehaltes gewinnen, da die Proben nur aus den beprobbaren Bereichen des Profils entnommen werden. Eine Einbeziehung des geschätzten Skelettanteils aus der Geländeansprache in die Laboruntersuchung ist nicht möglich, da im Labor gravimetrische Messungen erfolgen, während im Gelände volumetrische Schätzungen vorgenommen werden.

Hier kann folgendes Berechnungsverfahren angewandt werden. Aus der Stechzylinderprobe lässt sich die Dichte des Feinbodens ermitteln:

$$FBD = \frac{MPr - MSk}{VPr - \frac{MSk}{SkD}}$$

FBD = Feinbodendichte (g/cm^3), SkD = Dichte des Skeletts (g/cm^3), MPr = Masse der trockenen Stechzylinderprobe bei 105 °C (g), MSk = Masse des Skeletts der Stechzylinderprobe (g), VPr = Volumen der Stechzylinderprobe (cm^3)

Die Berechnung der Feinbodenmenge erfolgt dann über die Gleichung:

$$FBM = \frac{FBD * FBA * F * M}{100}$$

FBM = Feinbodenmenge (t), FBD = Feinbodendichte (t/m^3), FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), F = Flächengröße (m^2), M = Horizont- oder Schichtmächtigkeit (m)

Anmerkungen:

1. Der für die Dichte der Steine (SkD) angegebene Wert von 2,65 g/cm^3 gilt nicht für alle Steine. Dieser Wert kann eingesetzt werden z. B. für Ton- und Kieselschiefer und Quarzit. Angewitterte Steine oder bestimmte geologische Bildungen (z. B. Bims) haben deutlich geringere Dichten aufgrund ihres Porenanteils. Hier sind entsprechende Messungen erforderlich.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1990): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung

Humus	Humusvorrat (BZE 1)	BZE (1) Level I+II (1)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die auf einer definierten Fläche genommene Humusprobe wird getrocknet und gewogen.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

ev. Stechzylinder oder Stechrahmen
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

a.) Trocknen und Wiegen der Humusauflage:

Die möglichst mit einem großen Stechzylinder oder Stechrahmen auf einer definierten Fläche genommene Humusprobe (L-, Of- und Oh-Lage getrennt) wird bei 60 °C getrocknet (siehe A1.2.1) und anschließend 0,1 g genau gewogen.

b.) Berechnung des Humusvorrats der Auflage:

$$HV = \frac{MH * 100}{FLAUFL}$$

(HV = Humusvorrat (t/ha), MH = Masse der Humusprobe (g) (L-, Of- und Oh-Lage getrennt), FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2))

Der gesamte Humusvorrat ergibt sich aus der Addition der Teilvorräte:
$HV_{ges} = HV_L + HV_{Of} + HV_{Oh}$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

Boden	Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden	BZE (2) Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11277	HBU: 5.1.1.1a	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung des getrockneten Mineral-bodens (<2mm) erfolgt durch eine Kombination aus Sieben und Sedimentation.
Die Gewinnung der Sandfraktionen (>0,063 mm) erfolgt durch Siebung. Die feineren Bestandteile werden mit der KÖHN-Pipette fraktioniert. Das Messprinzip beruht auf dem STOKE´schen Gesetz, wonach kugelförmig gedachte Teilchen in einer Flüssigkeit umso schneller absinken, je größer sie sind. Die Geschwindigkeit mit der ein Bodenteilchen in einer Flüssigkeit absinkt, ist eine Funktion seines Umfangs und seiner Dichte sowie der Dichte und der Viskosität des Mediums, in dem sich das Teilchen bewegt. Zu definierten Fallzeiten und Eintauchtiefen der KÖHN-Pipette wird ein Aliquot der Bodensuspension entnommen, getrocknet und ausgewogen.
Grundsätzlich ist diese Arbeitsanweisung für die Untersuchung von Mineralböden vorgesehen. Gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung enthalten Mineralboden-horizonte weniger als 30 Masse-% organische Substanz. Dieser Wert ist daher als die übliche obere Anwendungsgrenze dieser Methode anzusehen.

Anmerkung:
1. Die DIN ISO 11277 definiert keine obere Anwendungsgrenze, während nach der DIN 19683-2 nur maximal 15 Masse-% organische Substanz zulässig waren.

2. Störungen:

Organische Substanz > 0,2 % stört die Sedimentation sowie die Siebung und muss vorher zerstört werden.
Merkliche Mengen an löslichen Salzen und Gips verfälschen das Ergebnis. Sie sind bei einer elektrischen Leitfähigkeit der wässrigen Suspension von > 40 mS/m (= 400 µS/cm) auszuwaschen.
Carbonate verkitten einen Teil der feineren Primärpartikel, wodurch größere Körner vorliegen. Ferner besitzen carbonatisch verkittete Bestandteile evtl. eine von 2,65 g/cm^3 abweichende Dichte. Die Zerstörung der Carbonate ist in dieser Arbeits-anleitung verbindlich vorgeschrieben.
Eisen- und Manganoxide verkitten ebenfalls feinere Primärpartikel. Nach DIN ISO 11277 können sie mit Natriumdithionit und Essigsäure zerstört werden. Dieser Vor-behandlungsschritt wird in dieser Arbeitsanleitung nicht durchgeführt und ist daher hier nicht beschrieben.
Ein nicht zu korrigierender methodischer Fehler beruht in der Annahme, dass die Einzelkörner die Form idealer Kugeln besitzen und eine Dichte von 2,65 g/cm^3 auf-weisen. Dieser Wert entspricht der mittleren Dichte von Quarz, dem quantitativ wichtigsten Mineral vieler Böden.

3. Geräte und Zubehör:

- Waage, Fehlergrenze 0,1 mg

1000 ml Becherglas und/oder 300 ml Weithals-Zentrifugenflaschen (Glas oder Polycarbonat)
Uhrengläser zum Abdecken der Bechergläser oder Verschlüsse für die Weithals-Zentrifugenflaschen
Rührstäbe, mit aufgestecktem Gummischaber
Wasserbad oder elektrische Wärmeplatte
Zentrifuge
Leitfähigkeitsmessgerät mit Fehlergrenze ≤ 1 mS/m
Überkopf-Schüttelmaschine
1000 ml Sedimentationszylinder
Stoppuhr
700 bis 1000 ml Schüttelflaschen aus Glas
Prüfsiebe nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565
- Maschenweite 0,63 mm
- Maschenweite 0,20 mm
- Maschenweite 0,063 mm
Auffangschale zu den Sieben
zu den Sieben passender Trichter
KÖHN-Pipette mit Führungsrahmen (siehe Anhang 1), Volumen 10 - 50 ml
Bechergläser / Tiegel o.ä. mit auf 0,1 mg bekannter Masse. (Das Volumen muss ca. dem 3-fachen Volumen der KÖHN-Pipette entsprechen; im folgenden „Becher-gläschen" genannt)
Abdampfschalen mit auf 1 mg bekannter Masse
Trockenschrank, thermostatistisch regelbar und mit Zwangsbelüftung
Exsikkator mit aktivem Trockenmittel

Anmerkung:
1. Die KÖHN-Pipette besitzt im Gegensatz zu einer üblichen Pipette am unteren Ende seitliche Öffnungen, um möglichst exakt die Suspension aus der geforderten Tiefe zu entnehmen (siehe Anhang 1).

4. Chemikalien:

destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades (H_2O_{demin})
tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat p.a. (*tetra-Natriumpyrophosphat*)
($Na_4P_2O_7$ x $10H_2O$)
alternativ:
Natriumpolyphosphat (*Natriummetaphosphat, Grahamsches Salz*; $NaPO_3)_n$)
Natriumcarbonat (Na_2CO_3)
Wasserstoffperoxid (H_2O_2) technisch (30%)
Salzsäure (HCl) (37%, 12,1 mol/l) p.a.
2-Octanol z.S.

Anmerkung:
1. Anstelle von 2-Octanol kann auch ein anderes Mittel zur Schaumunterdrückung verwendet werden. Es sollte aber leicht flüchtig sein, damit es beim Auskochen des H_2O_2 mit entfernt wird. Auf keinen Fall sollen Mittel verwendet werden, die betäubend wirken. Silikonöle o.ä. sind ungeeignet.

5. Lösungen:

Dispergierungslösung I: 0,1 mol/l tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat-Lösung: 44,61 g $Na_4P_2O_7$ x $10H_2O$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist in dunklen Glasflaschen praktisch unbegrenzt haltbar.

Alternativ:

Dispergierungslösung II: 33 g Natriumpolyphosphat ($(NaPO_3)_n$) und 7 g Natriumcarbonat ($NaCO_3$) werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar. In dunklen (Glas-) Flaschen und zusätzlichem Lichtschutz ist die Lösung ca. 1 Monat haltbar.

15 % H_2O_2-Lösung: 500 ml H_2O_2 30 % werden mit 500 ml H_2O_{demin} verdünnt. Diese Lösung verliert pro Tag ca. 5‰ H_2O_2. Lagerung in dunklen Kunststoffflaschen mit Überdruckventil.

1 mol/l HCl-Lösung: 83 ml HCl 37 % werden in 500 ml H_2O_{demin} gelöst und dann auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 oder A1.2.2 sowie A1.3.1

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der im **HBU 5.1.1.1a** angegebenen Methode orientieren.

Anmerkung:

1. Vor der Durchführung der Korngrößenbestimmung sollten pH-Wert und der Gehalt an organischem Kohlenstoff bekannt sein. Der Carbonatgehalt ist zu bestimmen, wenn die Probe einen pH_{H2O} >6,2 (HFA A3.1.1.2) oder einen pH_{CaCl2} >6,0 (HFA A3.1.1.7) aufweist.

a.) Einwaage:

Die übliche Einwaage beträgt 10 g. Bei Proben, die einen Tongehalt >50 Masse-% aufweisen (Fingerprobe), kann die Einwaage auf bis zu 5 g reduziert werden. Weisen Proben einen sehr hohen Sandgehalt (>40 Masse-%) auf, ist eine Erhöhung der Einwaage auf bis zu 30 g möglich. Um eine ausreichende Menge mineralischer Partikel zu gewährleisten, ist bei einem hohen Gehalt an organischer Substanz die Erhöhung der Einwaage ebenfalls sinnvoll.
Die Einwaage ist mit einer Genauigkeit von ≤10 mg durchzuführen.
Die Einwaage erfolgt in die Gefäße, die für den nächsten Schritt benötigt werden.

b.) Vorbehandlung:

Enthalten Proben einen Gehalt an organischer Substanz von > 0,2 Masse-%, muss die organische Substanz mit der H_2O_2-Lösung zerstört werden.
Weist die Suspension eine elektrische Leitfähigkeit von > 40 mS/m (= 400 µS/cm) auf, sind lösliche Salze und Gips zu entfernen.
Die Entfernung von Carbonaten ist in dieser Arbeitsanleitung verbindlich vorgeschrieben. Nach E DIN ISO 11277 ist sie fakultativ. Die Zerstörung von Eisen- und Aluminiumoxiden ist bei der Untersuchung von Waldböden nicht vorgesehen.

<u>b1.) Humuszerstörung:</u>

Die Probe wird in ein 1 l Becherglas oder in großvolumige Zentrifugengläser eingewogen. Auf die Probe wird langsam 100 ml 15%ige H_2O_2-Lösung gegeben (siehe Anmerkungen). Mit einem Uhrglas zugedeckt wird das Gefäß geschwenkt. Anschließend bleibt die Probe mindestens 15 h lang stehen. Auf dem Wasserbad (ggf. elektrische Wärmeplatte) wird die Suspension bis zum leichten Sieden erhitzt und eingeengt (ohne Uhrglas). Wenn nach Augenschein die organische Substanz noch nicht zerstört ist, ist die Zugabe der H_2O_2-Lösung auf die abgekühlte Probe zu wiederholen. Die Zerstörung von Pflanzenrückständen u. ä. gilt als vollständig, wenn sie vollkommen entfärbt sind. Die Behandlung mit H_2O_2 ist spätestens nach 24 h abzubrechen. Durch Einengen und Erhitzen wird das überschüssige H_2O_2 ausgetrieben. Die Probe darf auf keinen Fall eintrocknen, da sie damit für die weitere Untersuchung unbrauchbar ist. Aus Gründen der Arbeitssicherheit wird empfohlen, nach erfolgter Humuszerstörung 2-mal etwas H_2O_{demin} zuzugeben und jeweils erneut einzuengen. Damit ist sichergestellt, dass i.d.R. keine relevanten Mengen an H_2O_2 in der Suspension verbleiben.
(Die Humuszerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:

1. Bei stark hydrophoben Proben können ein paar Tropfen 2-Octanol die Benetzung fördern. 2-Octanol dient jedoch hauptsächlich zur Unterdrückung starker Schaumbildung. Hierfür sind nur einige Milliliter erforderlich.
2. Wenn leicht oxidierbare Substanzen wie z. B. Eisensulfid, reduzierte Manganverbindungen, sehr feine organische Substanz usw. vorliegen, kann es bei der Zugabe des H_2O_2 zu heftigen Reaktionen kommen. Zur Eindämmung der Schaumbildung siehe Anmerkung 1.
3. Es muss sichergestellt sein, dass überschüssiges H_2O_2 vollständig ausgetrieben ist. Verbleibt ein Rest H_2O_2 in der Probe, kann in den Schüttelflaschen so viel Druck entstehen, dass diese platzen!

<u>b2.) Carbonatzerstörung:</u>

Sofern Waldböden Carbonate enthalten, sind sie zu entfernen. Dies erfolgt gemäß DIN ISO 11277 nach der *Humuszerstörung (b1)*. Die Carbonate vor der organischen Substanz aus der Probe zu entfernen, ist ebenfalls zulässig.
Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird mit Hilfe eines Glasstabes und aufgesetztem Gummischaber die Probe vom Rand und Boden des Becherglases gelöst. Probenmaterial, das am Uhrenglas haftet, wird ebenfalls abgerieben und mit etwas H_2O_{demin} in das Becherglas gespült. Danach wird die gesamte Probe mit etwas H_2O_{demin} quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Bei der Carbonatzerstörung wird 1 mol/l HCl verwendet. Der Säureüberschuss ist möglichst gering zu halten. Bei einer Einwaage von 10 g erhält jede carbonathaltige Probe 25 ml 1 mol/l HCl. Liegt der Carbonatgehalt > 2 Masse-%, wird das Volumen der 1 mol/l HCl für jedes Masse-% Carbonat um weitere 4 ml erhöht. Bei abweichenden Einwaagen muss das notwendige HCl-Volumen entsprechend angepasst werden.
Nachdem die Probe mit der entsprechenden Menge HCl versetzt ist, wird mit ca. 250 ml H_2O_{demin} aufgefüllt. Die Suspension ist nun im Wasserbad / Wärmeplatte für 15 min auf ca. 80°C zu erwärmen und mehrmals umzurühren. Nach 15 min bzw.

dem Abklingen der sichtbaren Reaktion wird die Probe vom Wasserbad genommen und über Nacht stehen gelassen. Sollte sich ein vollkommen klarer Überstand gebildet haben, kann dieser abgenommen oder dekantiert werden. Ansonsten ist die Probe zu zentrifugieren. Das Waschen mit H_2O_{demin} ist so lange zu wiederholen, bis die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand < 40 mS/m (= 400 µS/cm) ist. Damit ist nicht nur die Säure ausgewaschen, sondern es sind auch lösliche Salze und Gips in ausreichendem Maß entfernt.
(Die Carbonatzerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:
1. In carbonatarmen Proben kann so wenig Calcium in der Lösung sein, dass die Flockung ungenügend ist. DIN ISO 11277 empfiehlt dann den Zusatz von 20 ml 1 mol/l $CaCl_2$-Lösung.
2. Die Carbonatzerstörung ist für die *Bodenzustanderhebung im Wald* (BZE II) verbindlich vorgeschrieben.
3. Nach DIN ISO 11277 ist das Entfernen der Carbonate bei der Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kein Routineverfahren.

<u>b3.) Entfernen der löslichen Salze und von Gips:</u>
Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird die gesamte Probe, wie in b2 beschrieben, quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Die Probe soll im Verhältnis 1:4 bis 1:6 mit H_2O_{demin} vermischt sein. Sollte eine Vorbehandlung (Humuszerstörung, Carbonatentfernung) nicht erforderlich sein, erfolgt dieser Arbeitsschritt ggf. mit der Originalprobe. Nach intensivem manuellem Schütteln wird die Suspension 1 h auf der Überkopfschüttelmaschine weiter durchmischt. Anschließend wird zentrifugiert und die elektrische Leitfähigkeit (E_c) im klaren Überstand gemessen. Beträgt die E_c > 40 mS/m (= 400 µS/cm), ist der Gehalt an löslichen Salzen und Gips so hoch, dass sie entfernt werden müssen. Hierfür wird die überstehende Flüssigkeit abgesaugt. Auf den Rückstand werden erneut 250 ml H_2O_{demin} gegeben, wieder 1 h geschüttelt, zentrifugiert und eine weitere E_c-Messung durchgeführt. Sollte die E_c immer noch > 40 mS/m (= 400 µS/cm) liegen, ist dieser Vorgang so lange zu wiederholen, bis dieser Schwellenwert unterschritten wird.
Über die Auswaschung ist ein Protokoll zu führen. Sie muss im Abschlussbericht erwähnt werden.

Anmerkung:
1. Evtl. ist es sinnvoll, einen Vortest zur Lf-Bestimmung in 100 ml PE-Flaschen durchzuführen. Das Verhältnis Boden zu Wasser soll auch hier 1:4 bis 1:6 betragen. Wird ein pH_{H20} mit diesem Mischungsverhältnis (z. B. HFA 3.1.1.2) gemessen, kann diese Suspension dazu verwendet werden.

<u>c.) Dispergierung:</u>
Nicht vorbehandelte Proben werden direkt in Schüttelflaschen eingewogen. Mit einer 25 ml Vollpipette wird das Dispergierungsmittel zugeben. Zur guten Benetzung der Probe wird die Flasche intensiv geschwenkt. Nach ca. 15 min wird nochmals geschwenkt und anschließend mit ca. 200 ml H_2O_{demin} aufgefüllt.
Proben, die sich in Zentrifugengefäßen befinden, werden unter Zusatz von 25 ml Dispergierungsmittel und H_2O_{demin} quantitativ in Schüttelflaschen überführt. Groß-

volumige Zentrifugengefäße aus Glas können auch direkt als Schüttelflasche verwendet werden. Dann werden dem Bodensatz mit einer Vollpipette 25 ml des Dispergierungsmittels zugesetzt und gründlich vermischt. Nach 15 min und nochmaligem Vermischen wird mit H_2O_{demin} auf ca. 200 ml aufgefüllt. In dem Gefäß muss unbedingt noch so viel Volumen frei bleiben, dass sich die Probe auf der Überkopfschüttelmaschine gründlich vermischt.
Die Probengefäße werden dicht verschlossen und in eine Überkopfschüttelmaschine eingespannt. Die Drehzahl ist so zu wählen, dass bei jeder Umdrehung eine vollständige Durchmischung gewährleistet ist. 50 - 80 U/min haben sich als geeignet erwiesen. Die Proben werden 12 – 18 h geschüttelt.
(Im Prüfbericht ist zu vermerken, welches Dispergierungsmittel verwendet wurde.)

Anmerkungen:

1. Proben mit einem geschätzten Tongehalt von >65 Masse-% ("reiner Ton" gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung), die trotz normgerechter Vorbehandlung nachweislich nicht vollständig dispergieren, können bei einer Wiederholung zusätzlich mit Ultraschall behandelt werden. Eine unvollständige Dispergierung kann z.B. durch den Nachweis von Tonklümpchen in der Siebfraktion belegt werden. Ein Hinweis darauf ist auch anhaftendes Probenmaterial an der Schüttelflasche nach erfolgtem Schütteln. In diesen Fällen ist vor dem Schütteln eine 10 min Behandlung im Ultraschallbad zu empfehlen. In mitteleuropäischen Böden treten solche Probleme vorrangig bei hohem Anteil präquartärer Tone auf. Da die Ultraschallbehandlung nicht der DIN-Norm entspricht, ist sie im Prüfbericht zu vermerken
2. Auch in großvolumigen Zentrifugengefäßen wird häufig nicht genügend Freivolumen vorhanden sein, um eine freie Bewegung der Suspension zu gewährleisten. In diesen Fällen ist die Suspension quantitativ in Schüttelflaschen zu überführen. Glasflaschen mit einem Volumen von 0,7-1,0 l haben sich in der Praxis bewährt.

<u>d.) Sedimentation:</u>

An einem Stativ wird über den Sedimentationszylinder ein Trichter mit einem Prüfsieb (Maschenweite 0,063 mm) montiert. Unmittelbar nach dem Schütteln wird der Inhalt der Schüttelflasche über das Prüfsieb quantitativ in den Sedimentationszylinder überführt. Das Prüfsieb wird vom Trichter genommen, gründlich nachgewaschen, und der Siebrückstand wird quantitativ in eine Abdampfschale gespült. Die Trocknung des Siebrückstandes erfolgt bei 105 – 110°C. Die weitere Fraktionierung des Sandes ist in Absatz *e.)* beschrieben.
Der Sedimentationszylinder wird mit H_2O_{demin} auf 1000 ml aufgefüllt und mit einem Stopfen verschlossen.
Um stabile thermische Bedingungen während der gesamten Sedimentation zu gewährleisten, sollten das zur Bestimmung benötigte H_2O_{demin} und die Schüttelmaschine in jenem Raum stehen, in dem die Analyse stattfindet. Ferner ist sicher zu stellen, dass die Raumtemperatur weitgehend stabil ist. Direkte Sonneneinstrahlung ist unbedingt zu vermeiden.
Durch mehrfaches manuelles "Auf-den-Kopf-Stellen" (ca. 30 s lang) des Sedimentationszylinders wird die Suspension homogenisiert. In dem Moment, in dem der

Sedimentationszylinder gestellt wird, beginnt die Sedimentationszeit (siehe Anhang 2). Der Stopfen muss erschütterungsfrei abgenommen werden.
Etwa 1 min vor Ablauf der jeweiligen Sedimentationszeit (siehe Tab. 3) wird die KÖHN-Pipette mit geschlossenem Hahn so weit in den Sedimentationszylinder geführt, dass die Öffnungen der Pipette die Flüssigkeitsoberfläche berühren.
Kurz vor dem Pipettieren wird die geschlossene KÖHN-Pipette bis zur jeweils erforderlichen Tiefe eingetaucht. Dieser Vorgang muss langsam und ohne Erschütterungen erfolgen. Unmittelbar vor Ablauf der Sedimentationszeit wird der Hahn geöffnet. Ist die Sedimentationszeit erreicht, wird langsam und gleichmäßig die Suspension binnen etwa 10 s angesaugt. Ist die KÖHN-Pipette bis über den Hahn gefüllt, wird der Hahn geschlossen und die überschüssige Suspension läuft ab. Die KÖHN-Pipette wird aus der Suspension gehoben und neben den Sedimentationszylinder gefahren. Der Überlauf wird mit H_2O_{demin} gespült und der aussen an der Pipettenspitze hängende Tropfen abgetupft. Die in der Pipette befindliche Bodensuspension wird in ein Becherglas, dessen Gewicht exakt bekannt ist (auf 0,1 mg genau), quantitativ überführt. Die Pipette wird 2-mal kurz mit H_2O_{demin} gespült, das ebenfalls im Bechergläschen aufgefangen wird. Die Bodensuspension wird mit dem Bechergläschen bei 105 – 110°C im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Anmerkungen:

1. Um thermokonstante Bedingungen zu gewährleisten, können die Sedimentationszylinder auch in einem temperierten Wasserbad stehen.
2. Das exakte Volumen der verwendeten Pipette muss bekannt sein. Zur Bestimmung wird H_2O_{demin} von 20°C angesaugt. Spülen, Ablassen und Abtupfen der Pipette erfolgt wie bei der normalen Benutzung mit Suspension. Das H_2O_{demin} wird in ein tariertes Wägeglas abgelassen. Das Wägeglas wird sofort (Verdunstung) auf 0,01 g genau ausgewogen. Der Vorgang wird mindestens 3-mal durchgeführt und die Abweichung der Massen sollte kleiner 0,05 g sein. Der Mittelwert wird als Volumen der Pipette in ml notiert und für die späteren Rechnungen verwendet.
   Bei wesentlich von 20°C abweichenden Temperaturen muss eine Dichtekorrektur berechnet werden.

e.) Siebung:

Die Fraktionierung des getrockneten und abgekühlten Siebrückstandes (Sandfraktion) erfolgt durch Sieben mit einer Maschenweite von 0,63 und 0,20 mm. In der unter den Sieben befindlichen Auffangschalen sammelt sich der Feinsand (0,063 - 0,20 mm). Der Siebrückstand der einzelnen Sandfraktionen wird in Gefäße mit einer auf 1 mg bekannten Masse überführt. Bewährt haben sich hierfür Abdampfschalen.

f.) Auswiegen:

Die Trocknung der bei der Sedimentation gewonnenen Fraktionen bis zur Gewichtskonstanz dauert bei einem Volumen von ca. 20 ml in Trockenschränken mit Belüftung erfahrungsgemäß nicht länger als 12 h. Die Abkühlung auf Wägeraumtemperatur (!) muss im Exsikkator erfolgen. Das Auswiegen der Bechergläschen erfolgt an einer Analysenwaage auf 0,1 mg genau. Um die Aufnahme von Luftfeuchtigkeit zu minimieren, werden für das Wiegen immer nur wenige Gläschen aus dem

Exsikkator genommen. Nach dem Wiegen sollten die Bechergläschen möglichst rasch wieder in den Exsikkator gestellt werden. Dies ermöglicht eine evtl. erforderliche Kontrolle der Massen.
Die Abdampfschalen mit den Sandfraktionen müssen nicht im Exsikkator stehen. Beim Auswiegen dieser Fraktionen genügt eine Genauigkeit von 10 mg.

<u>g.) Auswertung:</u>
In der Regel wird die Probe vor der Fraktionierung einer Vorbehandlung unterzogen. Dies führt zu einer Verringerung der eingewogenen Masse.
Die DIN ISO 11277 verwendet als Probeneinwaage die Summe der Teilfraktionen. Dies setzt voraus, dass alle Fraktionen bestimmt wurden und dass bei keinem der Arbeitsschritte merkliche Verluste aufgetreten sind.
Alternativ können an einer Parallelprobe alle Vorbereitungsschritte durchgeführt werden. Diese Probe ist bei 105 – 110°C bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen, auf Wägeraumtemperatur abzukühlen und deren Masse zu bestimmen. Diese Masse kann ebenfalls als Probeneinwaage verwendet werden.
Sofern die Entfernung löslicher Salze und Gips nicht erforderlich ist, kann die Probenmasse auch um den vorher bekannten Gehalt an organischer Substanz und ggf. um den Carbonatgehalt korrigiert werden.
Die Netto-Auswaagen in den Gefäßen der Pipettfraktionen enthalten:

< 0,063 mm	(gU+mU+fU+T+ Dispergierungsmittel)
< 0,02 mm	(mU+fU+T+ Dispergierungsmittel)
< 0,0063 mm	(fU+ T + Dispergierungsmittel)
< 0,002 mm	(T+ Dispergierungsmittel)

Bei der Berechnung der Tonfraktion muss von der Netto-Auswaage die Masse des Dispergierungsmittels subtrahiert werden. Bei den größeren Fraktionen wird von deren Netto-Auswaage die Netto-Auswaage der jeweils nächst kleineren Fraktion abgezogen, da beim Pipettieren der bei kürzeren Fallzeiten entnommenen Fraktionen auch das Material mit kleinerer Partikelgröße miterfasst wird.
Weil bei der Pipettierung nur ein Aliquot entnommen wird, muss das Suspensions- und Pipettvolumen berücksichtigt werden. Hierfür werden die für die einzelnen Kornfraktionen ermittelten Massen mit dem Faktor (Suspensionsvolumen [ml] / Pipettvolumen [ml]) multipliziert, um die Anteile der Kornfraktionen in der gesamten Bodenprobe zu erhalten.
Abschließend muss die tatsächliche Masse der Gesamtprobe berücksichtigt werden. Das Ergebnis wird in Masse-% dargestellt.
(In Anhang 3 ist eine Beispielberechnung wiedergegeben.)
Die einzelnen Kornfraktionen werden addiert (Gewichtsanteil oder Masse-%). Das Ergebnis sollte idealerweise dem Gewicht der Trockensubstanz der Gesamtprobe oder 100% entsprechen. Beträgt die Abweichung >10%, ist die Analyse zu wiederholen. Liegt die Abweichung ≤10%, wird die Differenz anteilsmäßig auf alle Kornfraktionen verteilt.
Falls eine Doppelbestimmung erfolgt, kann auf die Bestimmung des Grobschluffes verzichtet werden. Den Grobschluffgehalt erhält man, in dem man die Ergebnisse der übrigen Fraktionen von 100 subtrahiert. Da alle analytischen Fehler durch diese Berechnungsart in der Grobschlufffraktion enthalten sind, dürfen die Unterschiede bei der Doppelbestimmung für die Grobschlufffraktion nicht größer als 10% relativ sein.

(Im Abschlussbericht ist zu vermerken, welche Berechnungsmethode angewandt wurde.)

Anmerkungen:

1. Die organische Substanz des Mineralbodens enthält im Mittel 58 % C. Gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung (2005) kann durch Multiplikation des Gehaltes an organischem Kohlenstoff mit dem Faktor 1,72 näherungsweise die Masse der organischen Substanz im Mineralboden berechnet werden.
2. Die Rückstandsmasse des verwendeten Dispergierungsmittels wird wie folgt ermittelt:
   In einen leeren Sedimentationszylinder wird das verwendete Volumen des verwendeten Dispergierungsmittels pipettiert, auf das Nennvolumen mit H_2O_{demin} aufgefüllt und gründlich geschüttelt. Es werden mindestens 3 Aliquote mit der KÖHN-Pipette entnommen und in Gefäße entleert, deren Gewicht auf 0,1 mg bekannt sind. Die Gefäße werden im Trockenschrank bei 105 -110°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Danach erfolgt die Abkühlung auf Raumtemperatur im Exsikkator. Der Trockenrückstand wird auf 0,1 mg genau ausgewogen. Die Differenz der Bestimmungen sollte ≤ 0,5 mg sein. Die mittlere Masse wird notiert und für die späteren Berechnungen verwendet. Die Ermittlung der Masse sollte bei jedem neuen Ansatz des Dispergierungsmittels erfolgen.
   Zur Kontrolle bzw. alternativ kann der erwartete Trockenrückstand auch berechnet werden.

<u>8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:</u>

a) Der Normentwurf E DIN ISO 11277 (1994) wurde als Ersatz für die DIN 19683 Teil 2 vorgesehen. Beide Normen sind der BBodSchV zitiert. 2002 wurde die korrigierte Norm DIN ISO 11277 veröffentlicht. Neben dem Sieb- und Pipettverfahren beschreibt die Norm auch das für die Untersuchung von Waldböden hier nicht zugelassene Aräometerverfahren.

<u>9. Literatur:</u>

1. Ad-hoc-AG Boden (2005): Bodenkundliche Kartieranleitung.- 5. Aufl., 438 S., 41 Abb. 103 Tab.; Hannover.
2. DIN 19683-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1973): Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung nach Vorbehandlung mit Natriumpyrophosphat.
3. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001),: Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe (ISO 3310-1:2000).
4. DIN ISO 565, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): Analysensiebe - Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien - Nennöffnungsweiten (ISO 565:1990).
5. DIN ISO 11265, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997) Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit.
6. DIN ISO 11277, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002) Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden - Verfahren mittels Siebung und Sedimentation.

7. Utermann, J. [Koord.], Gorny, A., Hauenstein, M., Malessa, V., Müller, U., Scheffer, B. (2000): Labormethoden-Dokumentation, Geol. Jb., Reihe G, H. 8, 215 S.; Hannover.

ANHANG 1

Beschreibung der Apparatur mit Köhn-Pipette:

Die KÖHN-Pipette (Abb. 1) besitzt im Gegensatz zu einer üblichen Pipette am unteren Ende seitliche Öffnungen, um möglichst exakt die Suspension aus der geforderten Tiefe zu entnehmen (siehe Abb. 2).

Abb. 1: KÖHN-Pipette

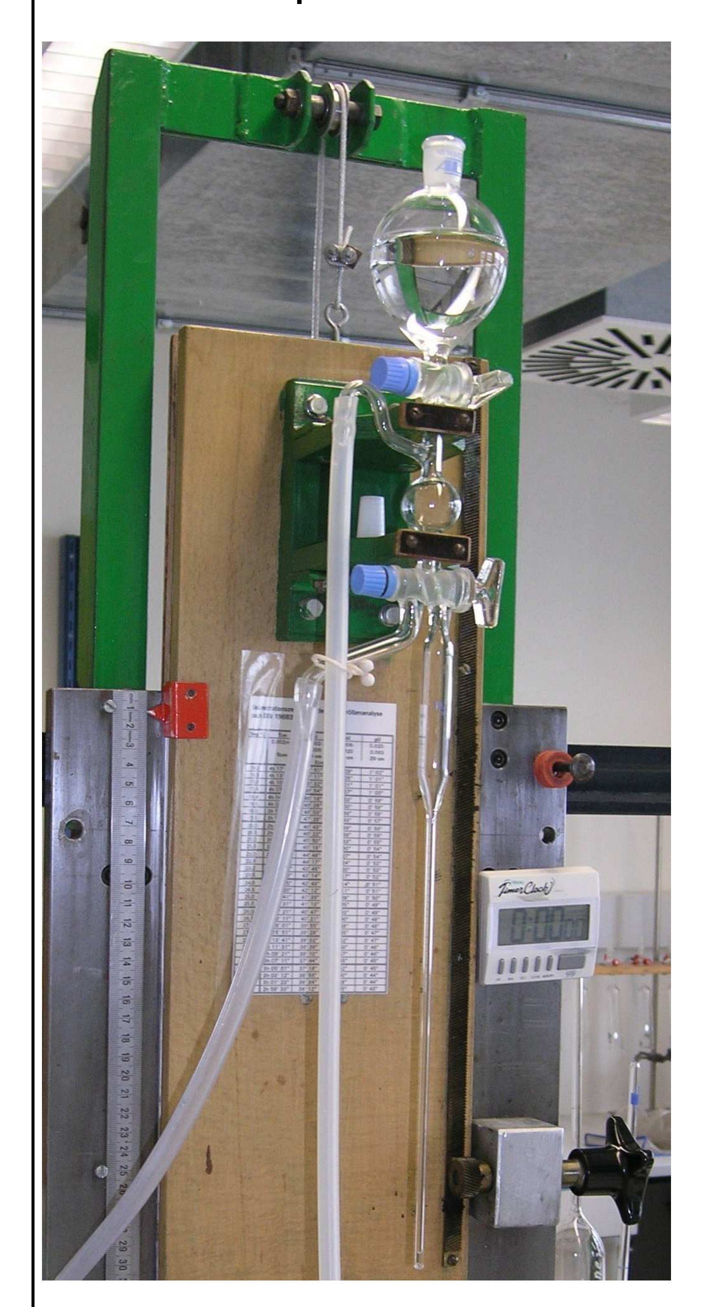


Abb. 2: Spitze der Köhn-Pipette



ANHANG 2

Fallzeiten bei der Korngrößenanalyse

	Ton		fU	mU	gU
Äquivalent-durchmesser	<0.002mm		0.002-0.0063mm	0.0063-0.020mm	0.020-0.063mm
Eintauchtiefe	**5cm**	**10 cm**	**10 cm**	**10 cm**	**20 cm**
Temp °C					
16.0	4h 17' 15"	8h 34' 30"	51' 51"	5' 09"	1' 02"
16.5	4h 13' 58"	8h 27' 57"	51' 11"	5' 05"	1' 01"
17.0	4h 10' 40"	8h 21' 20"	50' 32"	5' 01"	1' 01"
17.5	4h 07' 33"	8h 15' 07"	49' 54"	4' 57"	1' 00"
18.0	4h 04' 25"	8h 08' 50"	49' 16"	4' 53"	0' 59"
18.5	4h 01' 24"	8h 02' 47"	48' 39"	4' 50"	0' 58"
19.0	3h 58' 22"	7h 56' 45"	48' 03"	4' 46"	0' 58"
19.5	3h 55' 29"	7h 50' 58"	47' 28"	4' 43"	0' 57"
20.0	3h 52' 35"	7h 45' 10"	46' 53"	4' 39"	0' 56"
20.5	3h 50' 00"	7h 40' 00"	46' 22"	4' 36"	0' 56"
21.0	3h 47' 25"	7h 34' 50"	45' 50"	4' 33"	0' 55"
21.5	3h 44' 50"	7h 29' 40"	45' 19"	4' 30"	0' 54"
22.0	3h 42' 15"	7h 24' 30"	44' 48"	4' 27"	0' 54"
22.5	3h 39' 40"	7h 19' 20"	44' 17"	4' 24"	0' 53"
23.0	3h 37' 05"	7h 14' 10"	43' 45"	4' 20"	0' 53"
23.5	3h 34' 30"	7h 09' 00"	43' 14"	4' 17"	0' 52"
24.0	3h 31' 55"	7h 03' 50"	42' 43"	4' 14"	0' 51"
24.5	3h 29' 20"	6h 58' 40"	42' 12"	4' 11"	0' 51"
25.0	3h 26' 41"	6h 53' 21"	41' 39"	4' 08"	0' 50"
25.5	3h 24' 31"	6h 49' 01"	41' 13"	4' 05"	0' 49"
26.0	3h 22' 21"	6h 44' 41"	40' 47"	4' 03"	0' 49"
26.5	3h 20' 11"	6h 40' 21"	40' 21"	4' 00"	0' 48"
27.0	3h 18' 01"	6h 36' 02"	39' 55"	3' 58"	0' 48"
27.5	3h 15' 51"	6h 31' 41"	39' 28"	3' 55"	0' 47"
28.0	3h 13' 41"	6h 27' 21"	39' 02"	3' 52"	0' 47"
28.5	3h 11' 31"	6h 23' 01"	38' 36"	3' 50"	0' 46"
29.0	3h 09' 21"	6h 18' 41"	38' 10"	3' 47"	0' 46"
29.5	3h 07' 11"	6h 14' 22"	37' 44"	3' 45"	0' 45"
30.0	3h 05' 01"	6h 10' 02"	37' 18"	3' 42"	0' 45"
30.5	3h 03' 12"	6h 06' 23"	36' 56"	3' 40"	0' 44"
31.0	3h 01' 23"	6h 02' 45"	36' 34"	3' 38"	0' 44"
31.5	2h 59' 33"	5h 59' 07"	36' 12"	3' 35"	0' 43"
32.0	2h 57' 44"	5h 55' 29"	35' 50"	3' 33"	0' 43"

Anmerkung:

1. Gegenüber der DIN ISO 11277 (Tab. 3, S. 16) weichen die Angaben in der vorliegenden Tabelle insbesondere bei der Fraktion Feinschluff (fU) um bis zu 10%

ab. Die Unterschiede gegenüber DIN ISO 11277 beruhen in erster Linie in den verwendeten Nachkommastellen des Korndurchmessers. In der hier abgebildeten Tabelle wurde für die Fraktion Feinschluff gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung (2005) von einem Äquivalentdurchmesser von 0,0063 mm (6,3 µm) ausgegangen. Die Berechnung in der DIN ISO 11277 erfolgte hingegen mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,006 mm (6,0 µm).
Bei der DIN ISO 11277 wird die Dichte des Wassers pauschal mit 1 g/cm^3 angesetzt, während die vorliegende Fallzeiten-Tabelle die temperaturspezifische Dichte des Wassers berücksichtigt. Daraus ergeben sich auch bei den übrigen Kornfraktionen kleinere Abweichungen, die aber weniger als 0,2% betragen. Dies dürfte gegenüber anderen potentiellen Fehlerquellen, wie z.B. unpräzise Eintauchtiefe, keinen wesentlichen Einfluß auf das Ergebnis haben

1. Beispielberechnung der Fallzeit:

Sinkgeschwindigkeit in cm/s:

$$\frac{(\text{Korndurchmesser (in cm)})^2 \times (\text{Korn-Dichte (g/cm}^3) - \text{Flüssigkeits-Dichte (g/cm}^3)) \times \text{Fallbeschleunigung (in cm/s}^2)}{18 \times \text{Viskosität des } H_2O}$$

Beispiel: 20°C; Feinschluff

$$\frac{0{,}00063^2 \times (2{,}65 - 0{,}998203) \times 981}{18 \times 0{,}01005}$$

Sinkgeschwindigkeit in cm/s = 0,003555

Für 10 cm benötigt ein Korn mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,0063 mm demnach 2813 sec (10/0,003555) (= 46 min 53 sec)

ANHANG 3

Beispielrechnung:
10,0000 g Einwaage, 2,5 Masse-% org. Substanz, 1 Masse-% Wassergehalt des lufttrockenen Bodens.
Tatsächliche Einwaage und Bezugsgröße für die Berechnungen ist 9,65 g, d.h. 100% der Trockensubstanz der humusfreien Bodenprobe wiegt 9,65 g.

Tab. 1 Berechnung der Sieb-(Sand-)fraktion (0,063 – 2,000 mm)

	fS	**mS**	**gS**
Äquivalentdurchmesser	0,063-0,2mm	0,2-0,63mm	0,63–2,0mm
1. Brutto-Auswaage [g]	17,9604	16,2171	14,9204
2. Taragewicht [g]	-17,5424	-15,8063	-14,7283
3. Gewichtsanteil an der Gesamtprobe [g]	0,4180	0,4108	0,1921
4. Anteil an der Gesamtprobe [Gew.%]	**4,3**	**4,3**	**2,0**

zu 1. Auswaage = Taragewicht und Probenmaterial
zu 2. Taragewicht = Leergewicht des Porzellantiegels
zu 3. Netto-Auswaage = Brutto-Auswaage minus Taragewicht
zu 4. Die Angabe erfolgt in Gew.%. Hierfür muss die Einwaage berücksichtigt werden (100* Gewicht der Fraktion (3.)/Gewicht der Trockenmasse).

Tab. 2 Berechnung der Pipettfraktion (<0,063)

	Ton	**fU**	**mU**	**gU**
Äquivalentdurchmesser	<0,002mm	0,002-0,0063mm	0,0063-0,020mm	0,020-0,063mm
1. Brutto-Auswaage [g]	17,8956	19,9965	23,6256	20,4093
2. Taragewicht [g]	-17,8720	-19,9431	-23,5400	-20,3164
3. Netto-Auswaage [g]	0,0236	0,0534	0,0856	0,0929
4. Korrektur [g]	-0,0066	-0,0236	-0,0534	-0,0856
5.	0,0170	0,0298	0,0322	0,0073
6. Gewichtsanteil an der Gesamtprobe [g]	1,70	2,98	3,22	0,73
7. Anteil an der Gesamtprobe [Gew.%]	**17,6**	**30,9**	**33,4**	**7,5**

Die vorliegende Berechnung geht von einem Volumen der Pipette von exakt 10 ml und 1000 ml Bodensuspension aus. Abweichende Volumina müssen entsprechend korrigiert werden.
zu 1. Auswaage = Taragewicht und Probenmaterial
zu 2. Taragewicht = Leergewicht des Bechergläschen
zu 3. Netto-Auswaage = Brutto-Auswaage minus Taragewicht
zu 4. Korrektur = von der Netto-Auswaage wird der Gewichtsanteil des Dispergierungsmittels (hier 0,1 m tetra-Natriumdiphosphat) bzw. das Gewicht der Netto-Auswaage der nächst kleineren Fraktion subtrahiert, um die beim Pipettieren ebenfalls erfaßte(n) kleinere(n) Fraktion(en) und das Dispergierungsmittel zu berücksichtigen.
zu 6. Durch das Pipettieren wurde ein Aliquot von 10 ml aus der 1000 ml Bodensuspension entnommen. Die ermittelten Werte werden daher mit 100 multipliziert, um die Werte auf die gesamte Probe beziehen zu können.
zu 7. Die Angabe erfolgt in Gew.%. Hierfür muss die Einwaage berücksichtigt werden (100* Gewicht der Fraktion (6.)/Gewicht der Trockenmasse).

Humus	Auflagehumusvorrat und Vorrat des org. Rückstands > 2 cm (BZE 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: ---	**HBU: 11.5a**	

1. Prinzip der Methode:

Die auf einer definierten Fläche genommene Auflagehumusprobe wird getrocknet, die Fraktion > 2 cm abgesiebt oder aussortiert und die beiden Teilproben gewogen.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder oder Stechrahmen
Trockenschrank
ev. Metall- oder Kunststoffsieb, 20 mm
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode A1.2.1

7. Durchführung:

a.) Trocknen, Sieben/Aussortieren und Wiegen des Auflagehumus:

Die möglichst mit einem großen Stechzylinder oder Stechrahmen auf einer definierten Fläche genommene Auflagehumusprobe (L-, Of- und Oh-Lage getrennt) wird bei 60 °C getrocknet und die Steine, falls vorhanden, aussortiert. Die organischen Teile > 2 cm werden von Hand aussortiert oder durch ein 20 mm Metall- oder Kunststoffsieb abgesiebt und auf 0,1 g genau gewogen.
Die verbleibende Auflagehumusprobe (< 2 cm) wird ebenfalls gewogen.

b.) Berechnung des Auflagehumusvorrats und des Vorrats an organischem Rückstand > 2 cm:

$$HV = \frac{HM * 100}{FLAUFL}$$

(HV = Auflagehumusvorrat (t/ha), HM = Masse der Auflagehumusprobe (g) (L-Lage; Of- und Oh-Lage getrennt; Trennung der Of- und der Oh-Lage nur, wenn die Oh-Lage mächtiger als 1 cm ist), FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2)

Der gesamte Auflagehumusvorrat ergibt sich aus der Addition der Teilvorräte:
$HV_{ges} = HV_L + HV_{Of} + HV_{Oh}$

Der Vorrat an organischem Rückstand > 2 cm wird wie folgt ermittelt:

$$ORV = \frac{ORM * 100}{FLAUFL}$$

(ORV = Vorrat des organischen Rückstands > 2 cm (t/ha), ORM = Masse des org. Rückstands > 2 cm (g) FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:

Boden	Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges})	BZE (2) Level I+II (2)

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272	HBU: 11.6a; 5.1.2.2a

1. Prinzip der Methode:

Bei der Bestimmung der Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges}) wird mit einem Stechzylinder im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Dichte des trockenen Mineralbodens bestimmt werden.

2. Störungen:

Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich.
Die Bestimmung der Trockenrohdichte ist fehlerhaft, wenn nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur des Volumens vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.
Die Stechzylinderprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.
Die Trockenrohdichte wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{ges} = \frac{M}{V}$$

TRD_{ges} = Trockenrohdichte des Mineralbodens (g/cm^3), M = Masse der bei 105 °C getr. Bodenprobe (g), V = Volumen der Probe (cm^3)

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte

Boden	Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) und Feinbodenvorrat (FBV)	BZE (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272	**HBU: 11.6b; 5.1.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Wenn der Boden grobbodenfrei ist oder der Grobboden-Anteil unter 5 % liegt, kann die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) der Trockenrohdichte des Gesamtbodens (TRD_{ges}) annähernd gleich gesetzt werden. Mit einem Stechzylinder wird im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Trockenrohdichte des Feinbodens bestimmt werden.
Bei Grobboden-Anteilen über 5 % muss der Feinboden-Anteil abgesiebt, gewogen und sein Volumen direkt oder indirekt über die Bestimmung des Grobboden-Volumens bestimmt werden. Des Weiteren muss die Dichte des Grobbodens (spezifisches Gewicht) bekannt sein oder ermittelt werden.
Bei Grobboden mit Anteilen der Fraktion > 20 mm ist eine repräsentative Probenahme mit Stechzylindern nicht mehr möglich. In diesen Fällen müssen die Grobboden-Fraktionen und –Anteile durch zusätzliche Probenahmen mit Spaten oder Schippe und/oder Schätzungen am Bodenprofil ermittelt werden.

2. Störungen:

Die Bestimmung der Trockenrohdichte des Feinbodens ist fehlerhaft, wenn neben Grobboden-Anteilen nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer, Rammkernsonde, AMS Core Sampler mit Liner u.ä.)
Spaten, Schippe
Trockenschrank
Metallsieb, 2 mm
Bodenmühle mit 2 mm Sieb
Metallsieb 6,3 mm
Metallsieb, 20 mm
Metallsieb, 63 mm
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.

7.1 Mineralboden ohne Grobboden-Anteil oder mit einem Anteil < 5 %:

Für diesen Fall gilt: $TRD_{ges} = TRD_{FB}$.

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

Die Trockenrohdichte (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SZ}{V_{ges}SZ}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat (t/ha)
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$M_{ges}SZ$	Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

7.2 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine < 20 mm):

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.

Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$ Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{FB}SZ$ Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{ges}SZ$ Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinbodenvorrat errechnet sich wie folgt:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{V_{GB}SZ}{V_{ges}SZ}\right) = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV Feinbodenvorrat (t/ha)
TRD_{FB} Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:

1. Falls die Dichte des Grobbodens nicht bekannt ist, muss das Grobboden-Volumen durch Tauchwägung ermittelt werden.
2. Wenn die Stechzylinderprobe durch das Trocknen stark zusammen backt, kann es sinnvoll sein, die Probe mit einem Backenbrecher vor dem Sieben zu zerkleinern. Dafür sollten die großen Steine vorher aussortiert sein.
3. Bei nicht bindigen Böden (Sand) kann das Waschen und Trocknen der Steine entfallen.
4. Die Siebung der Mineralbodenprobe kann auch mit einer Bodenmühle erfolgen. In diesem Fall ist wie folgt vorzugehen: Bei der Bodenmühle die Boden-Auffangschublade unter dem Gerät befestigen, die Staubabsaugung einschalten und die trockene Stechzylinderprobe in den Einfülltrichter füllen, bis dieser maximal bis zum Rand gefüllt ist (maximale Füllmenge ca. 500 g). Danach Deckel

des Trichters schließen. Die Schaltuhren „high speed time" und „low speed time" einstellen (ca. 30 s und 15 s). Mühle durch Drücken der Starttaste in Betrieb setzen. Die Mühle läuft zunächst mit hoher Geschwindigkeit (high speed), um die Probe durch das Sieb zu bürsten und anschließend mit langsamer Geschwindigkeit (low speed), um Steine und nicht zerkleinertes Material in die Steinschublade auszukehren. Nach Stillstand der Mühle die Steine aus der Steinschublade entnehmen und auf ein 2 mm Sieb schütten. Die Bodenprobe aus der Boden-Auffangschublade auf ein 2 mm Metallsieb schütten und soviel Feinmaterial wie möglich absieben und verwerfen. Die Steine und den Siebrückstand mit warmem Wasser solange waschen, bis der anhaftende Boden vollständig entfernt ist. Die Steine in Bechergläser füllen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Die Steine auf 0,1 g genau wiegen.

7.3 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die nicht repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine > 20 mm):

7.3.1 Beprobung mit Stechzylinder, Schätzung des Grobbodenanteils > 20 mm am Profil

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen. Danach wird der Siebrückstand mit einem 20 mm Sieb gesiebt und die Siebfraktion 2 – 20 mm gewogen.
Für den Grobbodenanteil> 20 mm muss eine Schätzung von der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{0{,}66 \times VAnt_{GB>20}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-20}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>20}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 20 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Angabe in Flächen-%; Um-

	rechnung in Volumen-% erfolgt durch Faktor 0,66 in der Formel!]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB2\text{-}20}SZ$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 – 20 mm in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

7.3.2 Beprobung mit Stechzylinder und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:

Eine Mineralbodenprobe wird im Feld mit einem Stechzylinder aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen. Im Labor werden beide Proben dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Stechzylinderprobe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftenden Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.
Die Spatenprobe wird ebenfalls bei 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Die Spatenprobe wird dann mit einem 2 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand anschließend mit einem 63 mm Sieb. Die so erhaltene Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm wird gewogen. Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$	Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{FB}SZ$	Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{ges}SZ$	Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB}SZ$	Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]

$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]

D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times ....$$

...

$$\times \left(1 - \frac{0{,}66 \times VAnt_{GB>63}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges}SCH - M_{GB2-63}SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}} \right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>63}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 63 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Angabe in Flächen-%; Umrechnung in Volumen-% erfolgt durch Faktor 0,66 in der Formel!]
$M_{GB2-63}SCH$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 mm – 63 mm in der Schippen-/Spatenprobe [g]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]
$M_{ges}SCH$	Masse der Schippen-/Spatenprobe [g]

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

<u>7.3.3 Beprobung mit Stechkappen und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:</u>

Mit Stechkappen oder Mini-Stechzylindern (n >= 5) werden aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden mehrere Proben entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen.
Im Labor werden die Stechkappen mit Inhalt bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und alle gemeinsam gewogen. Anschließend wird das Leergewicht der Stechkappen vom Gesamtgewicht abgezogen.
Die Spatenprobe wird bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand anschließend mit einem 6.3 mm Sieb. Der Siebrückstand wird dann noch mit einem 63 mm Sieb gesiebt. Die erhaltenen Fraktionen < 2 mm, 2 – 6.3 mm und 6.3 – 63 mm werden gewogen.

Aus dem Gewicht der Probe < 6.3 mm und dem Gewicht der Grobbodenfraktion 2 mm – 6.3 mm kann Faktor f, welcher näherungsweise den Grobbodenanteil in der Stechkappe wiedergibt, wie folgt berechnet werden:

$$f = \frac{M_{GB2-6.3}SCH}{M_{GB<6.3}SCH}$$

wobei

$M_{GB2\text{-}6.3}SCH$	Masse der Fraktion 2 mm – 6.3 mm eines Aliquots der Schippen-/Spatenprobe [g]
$M_{GB<6.3}SCH$	Masse der Fraktion < 6.3 mm in diesem Aliquot der Schippen-/Spatenprobe [g]

Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SK \times (1 - f)}{V_{ges}SK - \frac{M_{ges}SK \times f}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{ges}SK$ Masse der mittels Stechkappen entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SK$ Volumen der Stechkappen [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times .$$

...

$$\times \left(1 - \frac{0{,}66 \times VAnt_{GB>63}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges}SCH - M_{GB2-63}SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}} \right)$$

wobei

TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>63}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 63 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Flächen-%]

$M_{ges}SCH$	Masse der Schippen-/Spatenprobe [g]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]
$M_{GB2-63}SCH$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 mm – 63 mm in der Schippen-/Spatenprobe [g]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte
2. Riek, W., Wolff, B. (2006): Evaluierung von Verfahren zur Erfassung des Grobbodenanteils von Waldböden – Erarbeitung von Empfehlungen für die Anwendung dieser Verfahren im Rahmen der Bodenzustandserhebung im Wald. Studie im Auftrag des BMVEL. 59 S.

Boden	Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden durch Laserbeugung	BZE (II) Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11277	**HBU: 5.1.1.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung des getrockneten Mineralbodens (<2 mm) erfolgt durch eine Kombination aus Sieb- und Laserbeugungsanalytik. Die Gewinnung der Sandfraktionen (>0,063 mm) erfolgt durch Siebung. Die feineren Bestandteile werden mittels Laserbeugungsanalytik bestimmt.

Das Prinzip der Laserbeugungsanalytik besteht in der Beugung des Lichtes an den Begrenzungskanten zweier Medien mit unterschiedlichem Brechungsindex, Erfassung der Beugungsbilder mittels Sensorfeld, Berechnung der Partikelgrößen nach der FRAUNHOFER-Theorie und statistische Bestimmung der Anteile der Korngrößenfraktionen. Der Messbereich der Geräte kann von Partikelgrößen zwischen 2 mm bzw. 0,063 mm bis 0,001 mm reichen. Kleinere Korngrößen werden erfasst, müssen aber nach der MIE-Theorie klassifiziert werden (MÜLLER und SCHUHMANN, 1996). Größere Partikel sind ggf. zuvor mittels Siebung abzutrennen.

Bemerkung

Die Methode beschreibt die Laserbeugungsanalytik für Partikel < 0,063 mm bis < 0,002 mm in Korngrößenklassen analog der DIN ISO 11277. Die Klassengrenzen sind aber prinzipiell frei wählbar.

Die Bestimmung der Anteile größerer Partikel ist mit dem Verfahren möglich, der sehr geringe Bedarf an Probenmaterial erschwert jedoch das Einbringen einer repräsentativen Probemenge.

Die mittels Laserbeugungsanalytik gewonnenen Ergebnisse müssen für bestimmte Bodentypen rechnerisch korrigiert werden, um eine Vergleichbarkeit zur Sedimentationsanalytik zu gewährleisten.

2. Störungen:

- Organische Substanz muss ab einem Gehalt von > 0,2 % entfernt werden. Sie stört die Deglomeration und wird bei Sieb- und Laserbeugungsanalytik als Partikel erfasst.
- Merkliche Mengen an löslichen Salzen und Gips verfälschen das Ergebnis.
- Carbonate verkitten einen Teil der feineren Primärpartikel, wodurch größere Körner vorliegen. Ferner besitzen carbonatisch verkittete Bestandteile evtl. eine von 2,65 g/cm^3 abweichende Dichte. Die Zerstörung der Carbonate wird bei einem Carbonatgehalt > 2 Masse-% empfohlen, das Verfahren ist aber nicht verbindlich vorgeschrieben. Die Anwendung ist im Protokoll zu vermerken.
- Eisen- und Manganoxide verkitten ebenfalls feinere Primärpartikel. Ihre Zerstörung mit Natriumdithionit und Essigsäure wird hier nicht beschrieben.
- Bei auffällig eisen- oder manganreichen Böden kann diese Vorbehandlung angebracht sein (siehe DIN ISO 11277).
- Die Erfassung der Partikelgrößen mit dem Laseranalysator unterstellt eine Kugelform der Partikel. Für abweichende Formen wird ein Äquivalentdurchmesser

bestimmt. Der Äquivalentdurchmesser weicht von dem mit der Sedimentationsmethode bestimmten besonders bei blättchenförmigen Partikeln ab. Ist eine Anpassung der Laseranalyse an die Sedimentationsanalyse erforderlich, kann diese für Materialien, die vorwiegend Dreischicht-Tonminerale enthalten, mit den nachfolgend aufgeführten Regressionsgleichungen (siehe 7.f4.) erfolgen.

– Ein nicht zu korrigierender methodischer Fehler beruht in der Annahme, dass die Einzelkörner eine Dichte von 2,65 g/cm^3 aufweisen. Dieser Wert entspricht der mittleren Dichte von Quarz, dem quantitativ wichtigsten Mineral vieler Böden. Bodenbestandteile geringerer Dichte werden aufgrund der Massebestimmung bei der Sedimentationsanalyse mit geringeren Anteilen gegenüber der Laseranalyse erfasst. Diese unterscheidet die Dichten nicht und sortiert ausschließlich nach der Partikelgröße.

3. Geräte und Zubehör:

- Waage, Fehlergrenze 0,01 g
- 300 ml Weithals-Zentrifugenflaschen (Glas oder Polycarbonat) oder 700 bis 1000 ml Schüttelflaschen aus Glas- Uhrengläser zum Abdecken der Bechergläser oder Verschlüsse für die Weithals-Zentrifugenflaschen
- Rührstäbe, mit aufgestecktem Gummischaber
- Wasserbad oder elektrische Wärmeplatte
- Zentrifuge
- Leitfähigkeitsmessgerät mit Fehlergrenze ≤ 0,1 mS/cm
- Überkopf-Schüttelmaschine
- Prüfsiebe nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565
- Maschenweite 0,63 mm
- Maschenweite 0,20 mm
- Maschenweite 0,063 mm
- 1000 ml Becherglas
- Laser-Partikel-Analysator mit Flüssigkeits-Dispergiereinheit
- Magnetrührer
- Pipette ohne Spezifikation, aber mit > 10 ml Inhalt

4. Chemikalien:

- destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades (H_2O_{demin})
- tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat p.a. (*tetra-Natriumpyrophosphat*) ($Na_4P_2O_7 \times 10H_2O$)
  Alternativ .
  . Natriumpolyphosphat (*Natriummetaphosphat, Grahamsches Salz*; $(NaPO_3)_n$)
  . Natriumcarbonat (Na_2CO_3)
- Wasserstoffperoxid (H_2O_2) technisch (30%)
- Salzsäure (HCl) (37%, 12,1 mol/l) p.a.
- 2-Octanol

Anmerkung

1. 2-Octanol wird zur Schaumunterdrückung zugesetzt. Es kann auch ein anderes Mittel verwendet werden. Es sollte aber leicht flüchtig sein, damit es beim Auskochen des H_2O_2 mit entfernt wird. Auf keinen Fall sollen Mittel verwendet werden, die betäubend wirken. Silikonöle o.ä. sind ungeeignet.

5. Lösungen:

- Dispergierungslösung I:
  0,1 m tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat-Lösung: 44,61 g $Na_4P_2O_7$ x $10H_2O$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist in dunklen Glasflaschen praktisch unbegrenzt haltbar.
  alternativ:
- Dispergierungslösung II:
  33 g Natriumpolyphosphat ($(NaPO_3)_n$) und 7 g Natriumcarbonat ($NaCO_3$) werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar. In dunklen (Glas)Flaschen und zusätzlichem Lichtschutz ist die Lösung ca. 1 Monat haltbar.
- 15 % H_2O_2-Lösung:
  500 ml H_2O_2 30 % werden mit 500 ml H_2O_{demin} verdünnt. Diese Lösung verliert pro Tag ca. 5‰ H_2O_2. Lagerung in dunklen Kunststoffflaschen mit Überdruckventil.
- 1 mol/l HCl-Lösung:
  83 ml HCl 37 % werden in 500 ml H_2O_{demin} gelöst und dann auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 oder A1.2.2 sowie A1.3.1

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 5.1.1.1a** angegebenen Methode orientieren.

a.) Einwaage:

Die übliche Einwaage beträgt 10 g. Bei Proben, die einen Tongehalt >50 Masse-% aufweisen (Fingerprobe), kann die Einwaage auf bis zu 5 g reduziert werden. Weisen Proben einen sehr hohen Sandgehalt (>40 Masse-%) auf, ist eine Erhöhung der Einwaage auf bis zu 30 g möglich. Um eine ausreichende Menge mineralischer Partikel zu gewährleisten, ist bei einem hohen Gehalt an organischer Substanz die Erhöhung der Einwaage ebenfalls sinnvoll.
Die Einwaage ist mit einer Genauigkeit von ≤ 0,01 mg durchzuführen.
Die Einwaage erfolgt in die Gefäße, die für den nächsten Schritt benötigt werden.

b.) Vorbehandlung:

Enthalten Proben einen Gehalt an organischer Substanz von > 0,2 Masse-%, muss die organische Substanz mit der H_2O_2-Lösung zerstört werden.
Weist die Suspension eine elektrische Leitfähigkeit von > 0,4 mS/cm auf, sind lösliche Salze und Gips zu entfernen.
Die Entfernung von Carbonaten sowie Eisen- und Aluminiumoxiden ist nach E DIN ISO 11277 fakultativ.

b1.) Humuszerstörung:

Die Probe wird in ein 1 l Becherglas oder in großvolumigen Zentrifugengläser eingewogen. Auf die Probe wird langsam 100 ml 15%ige H_2O_2-Lösung gegeben (siehe Anmerkungen). Mit einem Glasstab ohne Gummispatel wird die Lösung mit dem Boden möglichst unter einem Abzug vermischt. Nach dem Abklingen der Reaktion wird die Probe mit einem Uhrglas zugedeckt und bleibt mindestens 15 h lang stehen. Auf dem Wasserbad (ggf. elektrische Wärmeplatte) wird sie dann erhitzt und eingeengt. Wenn nach Augenschein die organische Substanz noch nicht zerstört ist,

ist die Zugabe der H_2O_2-Lösung auf die abgekühlte Probe zu wiederholen. Die Zerstörung von Pflanzenrückständen u. ä. gilt als vollständig, wenn sie vollkommen entfärbt sind. Durch Einengen und Erhitzen wird das überschüssige H_2O_2 ausgetrieben. Die Probe darf auf keinem Fall eintrocknen (auch nicht am Gefäßrand), da sie damit für die weitere Untersuchung unbrauchbar ist. Nach erfolgter Humuszerstörung mindestens 2-mal etwas H_2O_{demin} zugeben und jeweils erneut einengen.
Die Humuszerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.
Anmerkung:

1. Bei stark hydrophoben Proben können ein paar Tropfen 2-Octanol die Benetzung fördern. 2-Octanol dient jedoch hauptsächlich zur Unterdrückung starker Schaumbildung. Hierfür sind nur einige Milliliter erforderlich.
2. Wenn leicht oxidierbare Substanzen wie z. B. Eisensulfid, reduzierte Manganverbindungen, sehr feine organische Substanz usw. vorliegen, kann es bei der Zugabe des H_2O_2 zu heftigen Reaktionen kommen. Zur Eindämmung der Schaumbildung siehe Anmerkung 1.
3. Es muss sichergestellt sein, dass überschüssiges H_2O_2 vollständig ausgetrieben ist. Verbleibt ein Rest H_2O_2 in der Probe kann in den Schüttelflaschen so viel Druck entstehen, dass diese platzen!

<u>b2.) Carbonatzerstörung:</u>
Ist eine Carbonatzerstörung vorgesehen, wird sie nach einer eventuell nötigen *Humuszerstörung (b1)* durchgeführt.
Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläser, wird mit Hilfe eines Glasstabes und aufgesetztem Gummischabers die Probe von Rand und Boden des Becherglases gelöst. Probenmaterial, das am Uhrenglas haftet, wird ebenfalls abgerieben und mit etwas H_2O_{demin} in das Becherglas gespült. Danach wird die gesamte Probe mit etwas H_2O_{demin} quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Die Carbonatzerstörung erfolgt mit 1 mol/l HCl. Der Säureüberschuss ist so gering wie möglich zu halten. Jede carbonathaltige Probe erhält 25 ml 1 mol/l HCl. Liegt der Carbonatgehalt > 2 Masse-%, wird das Volumen der 1 mol/l HCl für jedes Masse-% Carbonat um weitere 4 ml erhöht.
Nach dem die Probe mit der entsprechenden Menge HCl versetzt ist, wird mit ca. 250 ml H_2O_{demin} aufgefüllt. Die Suspension ist nun mit dem Wasserbad für 15 min auf ca. 80°C zu erwärmen und mehrmals umzurühren. Nach 15 min bzw. dem Abklingen der sichtbaren Reaktion wird die Probe vom Wasserbad genommen und über Nacht stehen gelassen. Sollte sich ein vollkommen klarer Überstand gebildet haben, kann dieser abgenommen oder dekantiert werden. Ansonsten ist die Probe zu zentrifugieren. Das Waschen mit H_2O_{demin} ist so lange zu wiederholen, bis die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand < 0,4 mS/cm ist. Damit ist nicht nur die Säure ausgewaschen, sondern es sind auch lösliche Salze und Gips in ausreichendem Maß entfernt.
Die Carbonatzerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.
Anmerkung:

1. In carbonatarmen Proben kann so wenig Calcium in der Lösung sein, dass die Flockung ungenügend ist. DIN ISO 11277 empfiehlt dann den Zusatz von 20 ml 1 mol/l $CaCl_2$-Lösung.

b3.) Entfernen der löslichen Salze und von Gips:

Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird die gesamte Probe wie in b2 beschrieben quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Die Probe soll im Verhältnis 1:4 bis 1:6 mit H_2O_{demin} vermischt sein. Sollte eine Vorbehandlung nicht erforderlich sein, erfolgt dieser Arbeitsschritt mit der Originalprobe. Nach intensivem manuellen Schütteln, wird die Suspension 1 h auf der Überkopfschüttelmaschine weiter durchmischt. Anschließend wird zentrifugiert und im klaren Überstand die elektrische Leitfähigkeit (E_c) gemessen. Beträgt die E_c > 0,4 mS/cm, ist der Gehalt an löslichen Salzen und Gips so hoch, dass sie entfernt werden müssen. Hierfür wird die überstehende Flüssigkeit abgesaugt. Auf dem Rückstand werden 250 ml H_2O_{demin} gegeben, wieder 1 h geschüttelt, zentrifugiert und eine weitere E_c-Messung durchgeführt. Sollte die E_c immer noch > 0,4 mS/cm liegen, ist dieser Vorgang so lange zu wiederholen, bis dieser Schwellenwert unterschritten wird.
Über die Auswaschung ist ein Protokoll zu führen. Sie muss im Abschlussbericht erwähnt werden.

Anmerkung:

1. Evtl. ist es sinnvoll in 100 ml PE-Flaschen einen Vortest zur Leitfähigkeitsbestimmung durchzuführen. Das Verhältnis Boden zu Wasser soll auch hier 1:4 bis 1:6 betragen. Wird ein pH_{H20} mit diesem Mischungsverhältnis (z. B. HFA 3.1.1.2) gemessen, kann diese Suspension verwendet werden.

c.) Dispergierung:

- Nicht vorbehandelte Proben werden direkt in Schüttelflaschen eingewogen. Mit einer 25 ml Vollpipette wird das Dispergierungsmittel zugeben. Zur guten Benetzung der Probe wird die Flasche intensiv geschwenkt. Nach ca. 15 min wird noch mal geschwenkt und anschließend mit ca. 200 ml H_2O_{demin} aufgefüllt.
- Proben, die sich in Zentrifugengefäßen befinden, werden unter Zusatz von 25 ml Dispergierungsmittel und H_2O_{demin} quantitativ in Schüttelflaschen überführt. Großvolumige Zentrifugengefäße aus Glas können auch direkt als Schüttelflasche verwendet werden. Dann werden dem Bodensatz mit einer Vollpipette 25 ml des Dispergierungsmittels zugesetzt und gründlich vermischt. Nach 15 min und nochmaligem Vermischen wird mit H_2O_{demin} auf ca. 200 ml aufgefüllt. In dem Gefäß muss unbedingt noch so viel Volumen frei bleiben, dass sich die Probe auf der Überkopfschüttelmaschine gründlich vermischt.

  Im Prüfbericht ist zu vermerken, welches Dispergierungsmittel verwendet wurde.

  Die Probengefäße werden dicht verschlossen und in eine Überkopfschüttelmaschine eingespannt. Die Drehzahl ist so zu wählen, dass bei jeder Umdrehung eine vollständige Durchmischung gewährleistet ist. 50 - 80 U/min haben sich als geeignet erwiesen. Die Proben werden mindestens 6 h geschüttelt.

Anmerkung:

1. Bei schwierig zu dispergierenden sehr tonreichen Proben nehmen manche Laboratorien vor dem Schütteln eine 10 min Behandlung im Ultraschallbad vor. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Ultraschallbehandlung sehr unterschiedlich bei den einzelnen Bodenarten wirkt und dann stark vom Ergebnis ohne Ultraschallbehandlung abweicht. Da dies nicht der DIN-Norm entspricht, sind Anwendung, Ultraschallintensität und –dauer im Prüfbericht zu vermerken.

2. Auch in großvolumigen Zentrifugengefäßen wird häufig nicht genügend Freivolumen vorhanden sein, um eine freie Bewegung der Suspension zu gewährleisten. In diesem Fall ist die Suspension quantitativ in Schüttelflaschen zu überführen. Glasflaschen mit einem Volumen von 0,7-1,0 l haben sich in der Praxis bewährt.

d.) Siebung:

Die Fraktionierung der Sandfraktion erfolgt durch Nasssieben mit einer Maschenweite von 0,63; 0,20 und 0,063 mm. Der Siebrückstand der einzelnen Sandfraktionen wird nach Trocknung der Siebe bei 105 °C bestimmt.
Die Suspension mit der Fraktion < 0,063 mm wird für die Laseranalytik im einem 1000 ml Becherglas gesammelt.

e.) Laseranalytik:

Das Lasergerät entsprechend der Bedienanleitung in Betrieb setzen. Besondere Arbeitschutzbestimmungen beachten (nicht in den Laserstrahl sehen, keine reflektierenden Gegenstände in den Laserstrahl einbringen, Bedienpersonal einweisen).
Den Probenbehälter mit entmineralisiertem Wasser füllen. Die Position des Laserstrahles kontrollieren, ggf. gemäß Bedienanleitung zentrieren. Rührer und Pumpe auf mittlere Leistung einstellen. Den Messbereich überprüfen, ggf. korrigieren. Eine Hintergrundmessung durchführen und die Beaufschlagung des Sensors mit Verunreinigungen kontrollieren. Bei Bedarf (Hintergrundwerte < 100 µV) die Messzelle reinigen. Hierzu kann mehrfaches Spülen ausreichen, u.U. muss die Zelle zerlegt und mechanisch gereinigt werden.
Das Gerät für die Messung lt. Bedienanleitung programmieren. Standard ist eine automatische Menüführung.
Die Probenbezeichnung (Labornummer, Nummer der Wiederholung) eingeben. Die eingestellten Geräteparameter, Datum und Uhrzeit der Messung werden automatisch zugefügt. Die Messung starten. An der Anzeige überprüfen, ob Rührer und Pumpe in Betrieb sind.
Die Bodensuspension aus der Siebanalyse auf das Magnetrührwerk stellen. Suspension vollständig aufrühren. Mittels Pipette während des Rührens eine Probe entnehmen und in den Probenbehälter geben. Die Anzeige der optischen Dichte beobachten. Gute Ergebnisse werden mit einem Wert für die optische Dichte zwischen 9 und 12 % erreicht, 15 % sollten nicht überschritten werden. Ist dieser Fall dennoch eingetreten, die Suspension mittels Zugabe von Wasser verdünnen, ggf. Suspension ablaufen lassen (ungünstigster Fall). Die Messung starten. Nach erfolgter Messung die Ergebnisse speichern bzw. ausdrucken/notieren. Die Messzelle reinigen (erfolgt häufig automatisch). Das Gerät zeigt die Bereitschaft zur nächsten Analyse an. Es empfiehlt sich, je Probe drei Messungen durchzuführen und den Mittelwert anzugeben.

f.) Auswertung:

f1.) Korrektur von Masseverlusten

In der Regel wird die Probe vor der Fraktionierung einer Vorbehandlung unterzogen. Dies führt zu einer Verringerung der für alle späteren Berechnungen maßgeblichen Masse gegenüber der tatsächlichen Probeneinwaage.

Die DIN ISO 11277 verwendet als Probeneinwaage die Summe der Teilfraktionen. Dies setzt voraus, dass alle Fraktionen bestimmt wurden und dass bei keinem der Arbeitsschritte merkliche Verluste aufgetreten sind.
Da die Laseranalyse keine Massebestimmung der Fraktionen < 0,063 mm enthält, muss vor der Berechnung die tatsächliche Einwaage um den Wassergehalt, die organische Substanz (C-Gehalt *1,72 = Humusgehalt) sowie den Carbonatgehalt (berechnet als $CaCO_3$) korrigiert werden.
Falls die Entfernung löslicher Salze und Gips erforderlich ist, muss auch dieser Anteil berücksichtigt werden.

$$E\ korr = E-(Corg*1{,}72*E/1000) - (H_2O*E/100) - (CaCO_3*E/1000) \quad \text{Gl. 1}$$

wobei
- Ekorr = korrigierte Einwaage in g
- E = tatsächliche Einwaage lufttrockenen Bodens in g
- Corg = organ. C in g/kg
- 1,72 = Umrechnungsfaktor von C auf Humus
- H_2O = Wassergehalt in %
- $CaCO_3$ = Carbonatgehalt in g/kg

<u>f2.) Berechnung der Massenanteile der Fraktionen > 0,063 mm</u>:

Die Berechnungen sind jeweils durchzuführen für Grob-, Mittel- und Feinsand

GS (0,63-2) %	= A / Ekorr * 100	Gl. 2
MS (0,2-0,63) %	= A / Ekorr * 100	Gl. 2
FS (0,063-0,2) %	= A / Ekorr * 100	Gl. 2

wobei
- A = Auswaage in g
- Ekorr = korrigierte Einwaage in g
- 100 = Umrechnung in %

<u>f3.) Berechnung des Anteils aller Fraktionen < 0,063 mm am Gesamtboden</u>

Das Lasergerät summiert die Anteile der analysierten Fraktionen und gibt als Ergebnis die Summenkurve aus. Diese bezieht sich aber nur auf den Bereich < 0,063 mm. Die Massenanteile aller Fraktionen < 0,063 mm werden aus der Differenz von 100% (Sollwert aller Fraktionen) und den 3 nach Gleichung 2 ermittelten Sandfraktionen berechnet.

$$X\,\% = 100 - GS-MS-FS \quad \text{Gl. 3}$$

wobei X = Schluff und Ton

<u>f4.) Rechnerische Anpassung der Ergebnisse bei Böden mit Dreischichttonmaterialien an die Sedimentationsanalyse</u>

Wenn die maßgebliche Tonmineralart des Untersuchungsmaterials bekannt ist und diese von Dreischicht-Tonmineralen gebildet wird, können die aus der Laserbeugung ermittelten Werte mit nachfolgender Regression an die Pipettanalyse angepasst werden.

An 293 Datenpaaren (FVA Freiburg, Institut f. Bodenkunde Uni Freiburg und der SMUL Graupa) wurden die Ergebnisse des Köhn-Pipett-Verfahrens und der

Lasertechnik (Analysette 22 Economy Fa. Fritsch) verglichen. Aus diesem Vergleich wurden lineare Regressionsfunktionen erstellt.

Ton (<2µ)	Faktor **a: 2,0928** mit R^2 0,80
FU (2-6,3µ)	Faktor **b: 0,5663** mit R^2 0,87
MU (6,3-20µ)	Faktor **c: 0,7124** mit R^2 0,94
GU (20-63µ)	Faktor **d: 1,1202** mit R^2 0,87

Mit diesen Regressionsfaktoren sind Proben mit bis zu einem Tongehalt von ca. 30% gut mit der Pipettmethode vergleichbar.

Die Einzelfraktionen aus der Summenkurve des Laser werden mit den jeweiligen Faktoren (a, b, c bzw. d) multipliziert und aus den berechneten Werten die Summe gebildet. Dies ist wichtig, da die Summenwerte der Laserbeugung nicht immer auf 100% kommen.

Als nächster Schritt muss noch der Anteil der Schluff- und Tonfraktion X aus Gl.3 berücksichtigt werden.

Berechnung: Ton % = A * a * X / S Gl. 4

wobei
A = Tongehalt aus der Summenkurve der Laserbeugung in %
a = Faktor f. Ton
X = Ton-und Schlufffraktion (< 63µ) in %
S = Summe der berechneten Ton- und Schluffanteile in %

Analog ist mit den Schlufffraktionen zu verfahren.

Schluff+ Ton % <,063	Fraktionen aus der Summenkurve [%]				A*a %	B*b %	C*c %	D*d %	A1+B1+ C1+D1	A1*X/S %	B1*X/S %	C1*X/S %	D1*X/S %
	< 2	2-6,3	6,3-20	20-63	< 2	2-6,3	6,3-20	20-63	<63µ	Ton	FU	MU	GU
X	A	B	C	D	A1	B1	C1	D1	S				
64,9	19,88	34,87	29,74	14,20	41,60	19,75	21,19	15,91	98,45	27,4	13,0	14,0	10,5

Anmerkungen:

1. Laser-Partikel-Analysatoren werden von mehreren Herstellern angeboten. Es ist ein Gerät zu empfehlen, das einen möglichst großen Probenbehälter besitzt. Die benötigte Bodenmenge für die Analyse ist sehr gering. Es ist deshalb schwierig, eine repräsentative Probe abzuteilen. Mit der Vergrößerung des Probenbehälters nimmt der Bedarf an Boden zu.
Empfehlenswert ist ein in den Probenbehälter integriertes Ultraschallgerät, das Vorteile für die Reinigung des Systems besitzt. Die Nutzung zur Probendispergierung ist problematisch, weil das Ergebnis bei einigen Bodenarten vom Sedimentationsverfahren abweicht.
Die hier beschriebene Arbeitsweise bezieht sich auf das Gerät A 22 economy der Fa. Fritzsch, andere Gerätetypen können eine veränderte Vorgehensweise erfordern.

2. Je Probe sollten drei getrennte Messungen mit Material aus der gleichen Suspension durchgeführt werden. Die Differenzen des Tonanteils zwischen den Wiederholungen sollten 0,5 % nicht überscheiten. Bei größeren Abweichungen sind weitere Wiederholungen durchzuführen. Die Summe der analysierten Fraktionen sollte annähernd 100 % betragen. Abweichungen entstehen durch Luftblasen (schlecht entlüftetes Wasser) oder durch Partikel, welche die obere Messgrenze überschreiten (Fehler beim Sieben).

4. Bei der Untersuchung von Böden mit Zweischichtmineralen und würfelförmigen bis oktaedrischen Tonpartikeln sind die Abweichungen zwischen den beiden Messverfahren geringer, so dass die Umrechnung mit obigen Gleichungen nicht korrekt ist. Grundsätzlich verstärken sich die Abweichungen ab Tongehalten > 25%. Es sind deshalb entweder auf die geologische Herkunft des Materials spezifizierte Regressionen zu berechnen oder die Anwendung der Laseranalyse einzuschränken.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a. Korngrößenbestimmung mit dem Pipettverfahren nach Köhn, A2.5: Die Methoden sind nicht direkt vergleichbar. Durch Umrechnung wie in Abschnitt 7.f4. beschrieben wird eine Vergleichbarkeit mit der dort angegebenen Korrelation erreicht.

b. In der Norm DIN ISO 11277 aus dem Jahre 2002, die die alte Norm DIN 19683 Teil 2 ablöst (beide Normen sind in der BBodSchV zitiert), ist neben dem Sieb- und Pipettverfahren auch das Aräometerverfahren beschrieben. Zur Vergleichbarkeit beider Verfahren siehe dort.

9. Literatur:

1. Ad-hoc-AG Boden (2005): Bodenkundliche Kartieranleitung.- 5. Aufl., 438 S., 41 Abb. 103 Tab.; Hannover.
2. DIN 19683-2 (1973): Fachnormenausschuss Wasserwesen (FNW) im DIN [Hrsg.]: Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau, Physikalische Laboruntersuchungen, Bestimmung der Korngrößen-zusammensetzung nach Vorbehandlung mit Natriumpyrophosphat.
3. DIN ISO 3310-1 (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe (ISO 3310-1:2000).
4. DIN ISO 565 (1998): Analysensiebe - Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien - Nennöffnungsweiten (ISO 565:1990).
5. DIN ISO 11277, (2002) Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Partikelgrößen-verteilung in Mineralböden - Verfahren mittels Siebung und Sedimentation.
6. Utermann, J. [Koord.] & Gorny, A. & Hauenstein, M. & Malessa, V. & Müller, U. & Sceffer, B. (2000): Labormethoden-Dokumentation, Geol. Jb., Reihe G, H. 8, 215 S.; Hannover.
7. Müller, R. H. und Schuhmann, R. (1996): Teilchengrößenmessung in der Laborpraxis. Wiss. Verlagsgesellsch. Stuttgart, 191 S.
8. Paul, R. (1994): Einsatz der Laser-Partikel-Messtechnik zur Rationalisierung der Korngrößenanalyse (Ergebnisse eines Methodenvergleiches). 106. VDLUFA-Kongress, Tagungsband, VDLUFA-Verlag Darmstadt
9. TREFZ-MALCHER, G.; PUHLMANN, H. & V. WILPERT, K. (2010): Vergleich von Texturanalysen mit Lasersizer und Köhnpipette. in: Bodenzustandserfassung, aktuelle Gefährdungen und Trends. Gemeinsames Kolloquium des AK „Waldböden“ der DBG und der Sektion „Wald & Wasser“ im DVFFA und des vTI Eberswalde in

Freiburg am 18. - 19. Mai 2010. Berichte Freiburger Forstliche Forschung, Heft 88. Freiburg, S. 63-70.

Boden	Korngrößenbestimmung im Mineralboden durch Röntgenabsorption	Länder (SL)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung des getrockneten Mineralbodens (<2mm) erfolgt durch eine Kombination aus Sieben und Sedimentation.
Die Gewinnung der Sandfraktionen (>0,063 mm) erfolgt durch Siebung. Die feineren Bestandteile werden mit Hilfe des Röntgen-Granulometers bestimmt. Das Messprinzip beruht auf dem STOKE´schen Gesetz. Demnach ist die Geschwindigkeit mit der ein Bodenteilchen in einer Flüssigkeit absinkt eine Funktion seines Umfangs und seiner Dichte sowie der Dichte und der Viskosität des Mediums, in dem sich das Teilchen bewegt. Das Röntgen-Granulometer verwendet einen eng begrenzten, horizontalen Röntgenstrahl, um die relativen Massen-Prozente der Partikel in der Messflüssigkeit zu bestimmen.
Grundsätzlich ist diese Arbeitsanweisung für die Untersuchung von Mineralböden vorgesehen. Gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung enthalten Mineralbodenhorizonte weniger als 30 Masse-% organische Substanz. Dieser Wert ist daher als die übliche obere Anwendungsgrenze dieser Methode anzusehen.

Anmerkung:
1. Die DIN ISO 11277 definiert keine obere Anwendungsgrenze, während nach der DIN 19683-2 nur maximal 15 Masse-% organische Substanz zulässig waren.

2. Störungen:

Organische Substanz > 0,2 % stört die Sedimentation sowie die Siebung und muss vorher zerstört werden.
Merkliche Mengen an löslichen Salzen und Gips verfälschen das Ergebnis. Sie sind bei einer elektrischen Leitfähigkeit der wässrigen Suspension von > 40 mS/m
(= 400 µS/cm) auszuwaschen.
Carbonate verkitten einen Teil der feineren Primärpartikel, wodurch größere Körner vorliegen. Ferner besitzen carbonatisch verkittete Bestandteile evtl. eine von 2,65 g/cm3 abweichende Dichte. Die Zerstörung der Carbonate ist in dieser Arbeitsanleitung verbindlich vorgeschrieben.
Eisen- und Manganoxide verkitten ebenfalls feinere Primärpartikel. Nach DIN ISO 11277 können sie mit Natriumdithionit und Essigsäure zerstört werden. Dieser Vorbehandlungsschritt wird in dieser Arbeitsanleitung nicht durchgeführt und ist daher hier nicht beschrieben.
Ein nicht zu korrigierender methodischer Fehler beruht in der Annahme, dass die Einzelkörner die Form idealer Kugeln besitzen und eine Dichte von 2,65 g/cm3 aufweisen.
Dieser Wert entspricht der mittleren Dichte von Quarz, dem quantitativ wichtigsten Mineral vieler Böden.

3. Geräte und Zubehör:

Waage, Fehlergrenze 0,0001 g
Röntgen-Granulometer-Anlage

1000 ml Becherglas und/oder 300 ml Weithals-Zentrifugenflaschen (Glas oder Polycarbonat)
Uhrengläser zum Abdecken der Bechergläser oder Verschlüsse für die Weithals-Zentrifugenflaschen
Rührstäbe, mit aufgestecktem Gummischaber
Wasserbad oder elektrische Wärmeplatte
Zentrifuge
Leitfähigkeitsmessgerät mit Fehlergrenze = 1 mS/m
Überkopf-Schüttelmaschine
700 bis 1000 ml Schüttelflaschen aus Glas
Prüfsiebe nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565
- Maschenweite 0,63 mm
- Maschenweite 0,20 mm
- Maschenweite 0,063 mm

Auffangschale zu den Sieben
zu den Sieben passender Trichter
Abdampfschalen mit auf 1 mg bekannter Masse
Trockenschrank, thermostatistisch regelbar und mit Zwangsbelüftung
Exsikkator mit aktivem Trockenmittel

4. Chemikalien:

destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades (H_2O_{demin})
tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat p.a. (*tetra-Natriumpyrophosphat*)
($Na_4P_2O_7 \times 10H_2O$)
alternativ:
Natriumpolyphosphat (*Natriummetaphosphat, Grahamsches Salz*; $NaPO_3)_n$)
Ammoniaklösung (NH_3) (32%)
Natriumcarbonat (Na_2CO_3)
Wasserstoffperoxid (H_2O_2) technisch (30%)
Salzsäure (HCl) (37%, 12,1 mol/l) p.a.
2-Octanol z.S.

Anmerkung:
1. Anstelle von 2-Octanol kann auch ein anderes Mittel zur Schaumunterdrückung verwendet werden. Es sollte aber leicht flüchtig sein, damit es beim Auskochen des H_2O_2 mit entfernt wird. Auf keinen Fall sollen Mittel verwendet werden, die betäubend wirken. Silikonöle o.ä. sind ungeeignet.

5. Lösungen:

Dispergierungslösung I: 0,1 mol/l tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat-Lösung: 44,61 g $Na_4P_2O_7 \times 10H_2O$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist in dunklen Glasflaschen praktisch unbegrenzt haltbar.

Alternativ:

Dispergierungslösung II: 33 g Natriumpolyphosphat ($(NaPO_3)_n$) und 7 g Natriumcarbonat ($NaCO_3$) werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar. In dunklen

	(Glas-) Flaschen und zusätzlichem Lichtschutz ist die Lösung ca. 1 Monat haltbar.
Dispergierungslösung III:	0,01 normale Ammoniaklösung: 3 ml konzentrierte (32%) NH_3-Lösung werden zu 5 Liter demin. Wasser gegeben
15 % H_2O_2-Lösung:	500 ml H_2O_2 30 % werden mit 500 ml H_2O_{demin} verdünnt. Diese Lösung verliert pro Tag ca. 5‰ H_2O_2. Lagerung in dunklen Kunststoffflaschen mit Überdruckventil.
1 mol/l HCl-Lösung:	83 ml HCl 37 % werden in 500 ml H_2O_{demin} gelöst und dann auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 oder A1.2.2 sowie A1.3.1

7. Durchführung:
Anmerkung:
1. Vor der Durchführung der Korngrößenbestimmung sollten pH – Wert, elektrische Leitfähigkeit und der Gehalt an organischem Kohlenstoff bekannt sein. Der Carbonatgehalt ist zu bestimmen, wenn die Probe einen pH>6,2 (HFA A3.1.1.2) oder einen pH $CaCl_2$ >6,0 (HFA A3.1.1.7) aufweist.

a.) Einwaage:
Die übliche Einwaage beträgt etwa 20 g. Weisen Proben einen sehr hohen Sandgehalt (>40 Masse-%) auf, ist eine Erhöhung der Einwaage auf 30 g zu empfehlen.
Die Einwaage erfolgt in die Gefäße, die für den nächsten Schritt benötigt werden.

b.) Vorbehandlung:
Die organische Substanz wird immer mit der H_2O_2-Lösung zerstört.
Weist die Suspension eine von > 40 mS/m (= 400 µS/cm) auf, sind lösliche Salze und Gips zu entfernen.
Die Entfernung von Carbonaten ist in dieser Arbeitsanleitung verbindlich vorgeschrieben. Nach E DIN ISO 11277 ist sie fakultativ. Die Zerstörung von Eisen und Aluminiumoxiden ist bei der Untersuchung von Waldböden nicht vorgesehen.

b1.) Humuszerstörung:
Die Probe wird in ein 1 l Becherglas oder in großvolumige Zentrifugengläser eingewogen. Auf die Probe wird langsam 100 ml 15%ige H_2O_2-Lösung gegeben (siehe Anmerkungen). Mit einem Uhrglas zugedeckt wird das Gefäß geschwenkt. Anschließend bleibt die Probe mindestens 15 h lang stehen. Auf dem Wasserbad (ggf. elektrische Wärmeplatte) wird die Suspension bis zum leichten Sieden erhitzt und eingeengt (ohne Uhrglas). Wenn nach Augenschein die organische Substanz noch nicht zerstört ist, ist die Zugabe der H_2O_2-Lösung auf die abgekühlte Probe zu wiederholen. Die Zerstörung von Pflanzenrückständen u. ä. gilt als vollständig, wenn sie vollkommen entfärbt sind. Die Behandlung mit H_2O_2 ist spätestens nach 24 h

abzubrechen. Durch Einengen und Erhitzen wird das überschüssige H_2O_2 ausgetrieben. Die Probe darf auf keinen Fall eintrocknen, da sie damit für die weitere Untersuchung unbrauchbar ist. Aus Gründen der Arbeitssicherheit wird empfohlen, nach erfolgter Humuszerstörung 2-mal etwas H_2O_{demin} zuzugeben und jeweils erneut einzuengen. Damit ist sichergestellt, dass i.d.R. keine relevanten Mengen an H_2O_2 in der Suspension verbleiben. (Die Humuszerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:

1. Bei stark hydrophoben Proben können ein paar Tropfen 2-Octanol die Benetzung fördern. 2-Octanol dient jedoch hauptsächlich zur Unterdrückung starker Schaumbildung. Hierfür sind nur einige Milliliter erforderlich.
2. Wenn leicht oxidierbare Substanzen wie z. B. Eisensulfid, reduzierte Manganverbindungen, sehr feine organische Substanz usw. vorliegen, kann es bei der Zugabe des H_2O_2 zu heftigen Reaktionen kommen. Zur Eindämmung der Schaumbildung siehe Anmerkung 1.
3. Es muss sichergestellt sein, dass überschüssiges H_2O_2 vollständig ausgetrieben ist. Verbleibt ein Rest H_2O_2 in der Probe, kann in den Schüttelflaschen so viel Druck entstehen, dass diese platzen!

<u>b2.) Carbonatzerstörung:</u>

Sofern Waldböden Carbonate enthalten, sind sie zu entfernen. Dies erfolgt gemäß DIN ISO 11277 nach der Humuszerstörung (b1). Die Carbonate vor der organischen Substanz aus der Probe zu entfernen, ist ebenfalls zulässig.

Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird mit Hilfe eines Glasstabes und aufgesetztem Gummischaber die Probe vom Rand und Boden des Becherglases gelöst. Probenmaterial, das am Uhrenglas haftet, wird ebenfalls abgerieben und mit etwas H_2O_{demin} in das Becherglas gespült. Danach wird die gesamte Probe mit etwas H_2O_{demin} quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.

Bei der Carbonatzerstörung wird 1 mol/l HCl verwendet. Der Säureüberschuss ist möglichst gering zu halten. Bei einer Einwaage von 10 g erhält jede carbonathaltige Probe 25 ml 1 mol/l HCl. Liegt der Carbonatgehalt > 2 Masse-%, wird das Volumen der 1 mol/l HCl für jedes Masse-% Carbonat um weitere 4 ml erhöht. Bei abweichenden Einwaagen muss das notwendige HCl-Volumen entsprechend angepasst werden.

Nachdem die Probe mit der entsprechenden Menge HCl versetzt ist, wird mit ca. 250 ml H_2O_{demin} aufgefüllt. Die Suspension ist nun im Wasserbad / Wärmeplatte für 15 min auf ca. 80°C zu erwärmen und mehrmals umzurühren. Nach 15 min bzw. dem Abklingen der sichtbaren Reaktion wird die Probe vom Wasserbad genommen und über Nacht stehen gelassen. Sollte sich ein vollkommen klarer Überstand gebildet haben, kann dieser abgenommen oder dekantiert werden. Ansonsten ist die Probe zu zentrifugieren. Das Waschen mit H_2O_{demin} ist so lange zu wiederholen, bis die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand < 40 mS/m (= 400 µS/cm) ist. Damit ist nicht nur die Säure ausgewaschen, sondern es sind auch lösliche Salze und Gips in ausreichendem Maß entfernt.

(Die Carbonatzerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:

1. In carbonatarmen Proben kann so wenig Calcium in der Lösung sein, dass die Flockung ungenügend ist. DIN ISO 11277 empfiehlt dann den Zusatz von 20 ml 1 mol/l $CaCl_2$-Lösung.
2. Die Carbonatzerstörung ist für die Bodenzustanderhebung im Wald (BZE II) verbindlich vorgeschrieben.
3. Nach DIN ISO 11277 ist das Entfernen der Carbonate bei der Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kein Routineverfahren.

b3.) Entfernen der löslichen Salze und von Gips:

Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird die gesamte Probe, wie in b2 beschrieben, quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt. Die Probe soll im Verhältnis 1:4 bis 1:6 mit H_2O_{demin} vermischt sein. Sollte eine Vorbehandlung (Humuszerstörung, Carbonatentfernung) nicht erforderlich sein, erfolgt dieser Arbeitsschritt ggf. mit der Originalprobe. Nach intensivem manuellem Schütteln wird die Suspension 1 h auf der Überkopfschüttelmaschine weiter durchmischt. Anschließend wird zentrifugiert und die elektrische Leitfähigkeit (E_c) im klaren Überstand gemessen. Beträgt die E_c > 40 mS/m (= 400 µS/cm), ist der Gehalt an löslichen Salzen und Gips so hoch, dass sie entfernt werden müssen. Hierfür wird die überstehende Flüssigkeit abgesaugt. Auf den Rückstand werden erneut 250 ml H_2O_{demin} gegeben, wieder 1 h geschüttelt, zentrifugiert und eine weitere E_c-Messung durchgeführt. Sollte die E_c immer noch > 40 mS/m (= 400 µS/cm) liegen, ist dieser Vorgang so lange zu wiederholen, bis dieser Schwellenwert unterschritten wird.
Über die Auswaschung ist ein Protokoll zu führen. Sie muss im Abschlussbericht erwähnt werden.

Anmerkung:
1. Evtl. ist es sinnvoll, einen Vortest zur Lf-Bestimmung in 100 ml PE-Flaschen durchzuführen. Das Verhältnis Boden zu Wasser soll auch hier 1:4 bis 1:6 betragen. Wird ein pH_{H20} mit diesem Mischungsverhältnis (z. B. HFA 3.1.1.2) gemessen, kann diese Suspension dazu verwendet werden.

c.) Dispergierung:

Nicht vorbehandelte Proben werden direkt in Schüttelflaschen eingewogen und das Dispergierungsmittel zugeben. Zur guten Benetzung der Probe wird die Flasche intensiv geschwenkt. Nach ca. 15 min wird nochmals geschwenkt und anschließend mit H_2O_{demin} aufgefüllt.
Proben, die sich in Zentrifugengefäßen befinden, werden unter Zusatz von Dispergierungsmittel und H_2O_{demin} quantitativ in Schüttelflaschen überführt. Großvolumige Zentrifugengefäße aus Glas können auch direkt als Schüttelflasche verwendet werden. Dann werden dem Bodensatz das Dispergierungsmittel zugesetzt und gründlich vermischt. Nach 15 min und nochmaligem Vermischen wird mit H_2O_{demin} aufgefüllt. In dem Gefäß muss unbedingt noch so viel Volumen frei bleiben, dass sich die Probe auf der Überkopfschüttelmaschine gründlich vermischt.
Die Probengefäße werden dicht verschlossen und in eine Überkopfschüttelmaschine eingespannt. Die Drehzahl ist so zu wählen, dass bei jeder Umdrehung eine vollständige Durchmischung gewährleistet ist. 50 - 80 U/min haben sich als geeignet erwiesen. Die Proben werden 12 – 18 h geschüttelt. (Im Prüfbericht ist zu vermerken, welches Dispergierungsmittel verwendet wurde.)

Anmerkungen:

1. Proben mit einem geschätzten Tongehalt von >65 Masse-% ("reiner Ton" gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung), die trotz normgerechter Vorbehandlung noch weislich nicht vollständig dispergieren, können bei einer Wiederholung zusätzlich mit Ultraschall behandelt werden. Eine unvollständige Dispergierung kann z.B. durch den Nachweis von Tonklümpchen in der Siebfraktion belegt werden. Ein Hinweis darauf ist auch anhaften des Probenmaterials an der Schüttelflasche nach erfolgtem Schütteln. In diesen Fällen ist vor dem Schütteln eine 10 min Behandlung im Ultraschallbad zu empfehlen. In mitteleuropäischen Böden treten solche Probleme vorrangig bei hohem Anteil präquartärer Tone auf. Da die Ultraschallbehandlung nicht der DIN-Norm entspricht, ist sie im Prüfbericht zu vermerken.
2. Auch in großvolumigen Zentrifugengefäßen wird häufig nicht genügend Freivolumen vorhanden sein, um eine freie Bewegung der Suspension zu gewährleisten. In diesen Fällen ist die Suspension quantitativ in Schüttelflaschen zu überführen. Glasflaschen mit einem Volumen von 0,7-1,0 l haben sich in der Praxis bewährt.

<u>d.) Siebung</u>:
An einem Stativ wird über ein Schüttelflasche oder ein anderes geeignetes Gefäß ein Trichter mit einem Prüfsieb (Maschenweite 0,063 mm) montiert. Unmittelbar nach dem Schütteln wird der Inhalt der Schüttelflasche über das Prüfsieb quantitativ in eine Zentrifugenflasche überführt. Das Prüfsieb wird vom Trichter genommen, gründlich nachgewaschen, und der Siebrückstand wird quantitativ in eine Abdampfschale gespült. Die Trocknung des Siebrückstandes erfolgt bei 105 – 110°C. Die Fraktionierung des getrockneten und abgekühlten Siebrückstandes (Sandfraktion) erfolgt durch Sieben mit einer Maschenweite von 0,63 und 0,20 mm (Zum abfühlen müssen die Abdampfschalen nicht im Exsikkator stehen). In der unter den Sieben befindlichen Auffangschalen sammelt sich der Feinsand (0,063 - 0,20 mm). Der Siebrückstand der einzelnen Sandfraktionen wird in Gefäße mit einer auf 1 mg bekannten Masse überführt. Bewährt haben sich hierfür Abdampfschalen. Beim Auswiegen dieser Fraktionen genügt eine Genauigkeit von 10 mg.

<u>e.) Vorbehandlung der Fraktion < 0,063 mm</u>
Die Suspension mit der Fraktion < 0,063 mm wird zentrifugiert und dekantiert. Das Waschen mit H_2Odemin ist so lange zu wiederholen, bis die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand < 40 mS/m (= 400 µS/cm) ist, damit das Pispergierungsmittel ausgewaschen ist. Die Pispergierungsmittel freie Fraktion wird quantitativ in eine Abdampfschale überführt. Bei Verwendung von Ammoniaklösung als Dispergierungsmittel muss nicht ausgewaschen werden.
Die erhaltene Suspension wird bei 40°C, bzw. mittel Gefriertrocknung getrocknet und anschließend gewogen. An einer Teilprobe der Fraktion < 0,063 mm ist der Wassergehalt durch Trocknung bei 105°C zu bestimmen und das Gesamtgewicht der Fraktion < 0,063 mm damit zu korrigieren. (Im Prüfbericht ist zu vermerken, wie die Trocknung durchgeführt wurde.)

f.) Einwaage, Dispergierung

Die trocknete Fraktion < 0,063 mm wird homogenisiert. Etwa 3 g der homogenisierten Probe werden in einen beschrifteten Messbecher des Probengebers der Röntgen-Granulometer-Anlage gefüllt und mit Pispergierungsmittel auf 80 ml aufgefüllt und in die Röntgen-Granulometer-Anlage gegeben. (Im Prüfbericht ist zu vermerken, welches Dispergierungsmittel verwendet wurde und wie die Pispergierung in der Röntgen-Granulometer-Anlage durchgeführt wurde.)

g) Auswertung

Nach DIN ISO 11277 ist als Probeneinwaage die Summe der Teilfraktionen zu verwenden, was in diesem Verfahren gegeben ist.
Für die Berechnung werden die einzelnen Kornfraktionen (gS+mS+fS+<0,063 mm) addiert (Gewichtsanteil oder Masse-%). Das Ergebnis wird in Masse-% dargestellt. Der relative Anteil der U und T Fraktionen wird durch das Röntgen-Granulometer bestimmt und anteilig auf den Gewichtsanteil der Fraktion <0,063 mm umgelegt.
Zur Qualitätssicherung sollte das Ergebnis idealerweise dem Gewicht der Trockensubstanz der Gesamtprobe entsprechen. In der Regel wird die Probe vor der Fraktionierung einer Vorbehandlung unterzogen. Dies führt zu einer Verringerung der eingewogenen Masse. Um dies zu berücksichtigen kann die Probenmasse auch um den vorher bekannten Gehalt an organischer Substanz und ggf. um den Carbonatgehalt korrigiert werden (siehe auch A2.5), sofern die Entfernung löslicher Salze und Gips nicht erforderlich war. Beträgt die Abweichung >10%, ist die Analyse zu wiederholen.
Alternativ können an einer Parallelprobe alle Vorbereitungsschritte durchgeführt werden. Diese Probe ist bei 105 – 110°C bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen, auf Wägeraumtemperatur abzukühlen und deren Masse zu bestimmen. Diese Masse kann ebenfalls als Gesamtprobe verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

Die Methode liefert keine direkt vergleichbare Ergebnisse zur Korngrößenbestimmung nach Köhn (Methode A2.5). Im Vergleich der beiden Methoden überschätzt die Korngrößenbestimmung mittels Röntgen-Granulometer die Tonfraktion systematisch und unterschätzt im Gegensatz dazu den Grobschluff. Eine Annäherung der Röntgen-Granulometer-Ergebnisse an die Werte der KÖHN-Pipetteanalyse erfolgt mittels multipler Regression, da bei Röntgen-Granulometer-Messungen auch Nachbar-Fraktionen den Messwert bestimmen. Eine ausführliche Beschreibung einer nach Müller et al. (2007) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1. Hierbei muss daraufhingewiesen werden, dass bei der Vorbehandlung der Proben für die Vergleichsmessungen die Proben durch Gefriertrocknung getrocknet wurden und die Dispergierung der Proben mit 0,01 mol/l Ammoniak-Lösung und Ultraschallbehandlung erfolgte.

9. Literatur:

---

1. DIN ISO 11277, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002) Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden - Verfahren mittels Siebung und Sedimentation.

2. Müller H. W., Dohrmann, R., Klosa, D., Rehder, S., Bitz, I., Goldmann, A. (2007): Annäherung der Sedigraph-Ergebnisse mittels nicht-linearer Regression an Werte nach KÖHN-Pipetteanalyse. Unveröffentlichter Bericht.

Anhang 1

Müller H. W., Dohrmann, R., Klosa, D., Rehder, S., Bitz, I., Goldmann, A.:
Annäherung der Röntgen-Granulometer-Ergebnisse mittels nicht-linearer Regression an Werte nach KÖHN-Pipetteanalyse

Messunterschiede

ie Abbildungen zeigen sechs nach Atterberg fraktionierte Proben und zehn durch Nasssiebung gewonnene Proben der Fraktionen 20 bis 36 µm bzw. 36 bis 63 µm, welche mit dem Röntgen-Granulometer gemessen wurden. Aus den Abbildung-en wird deutlich, dass bei Röntgen-Granulometer-Messungen auch Nachbar-Fraktionen den Messwert mitbestimmen.

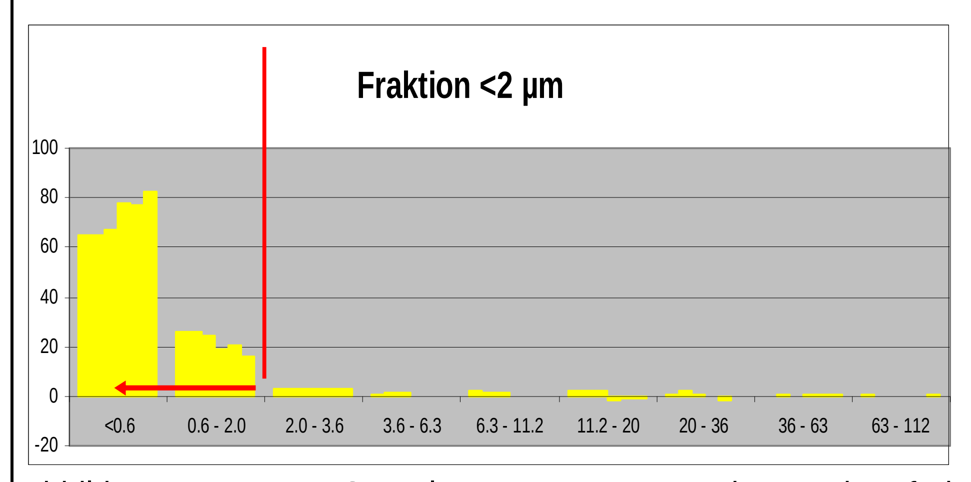


Abbildung 1: Röntgen-Granulometeren-Messung der Atterbergfraktion <2 µm

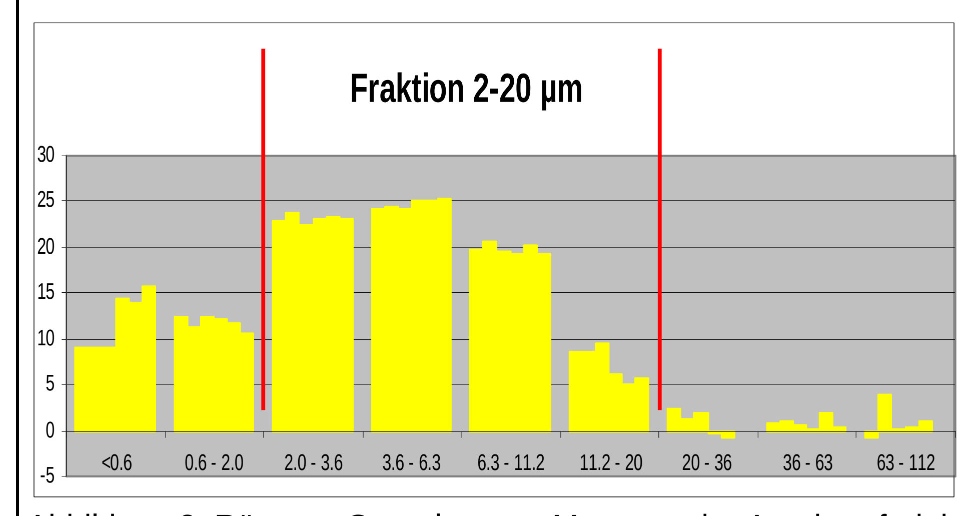


Abbildung 2: Röntgen-Granulometer-Messung der Atterbergfraktion 2-20 µm

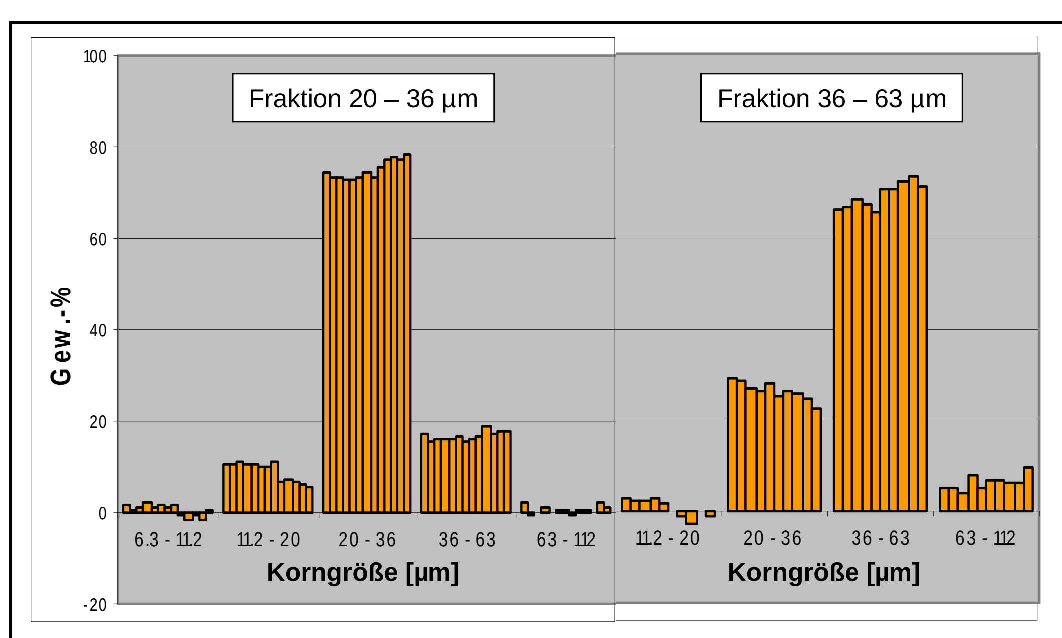


Abbildung 3: Röntgen-Granulometer-Messung der Siebfraktionen 20-36 µm und 36-63 µm

Nicht-lineare Regression

Die mit dem Röntgen-Granulometer-Verfahren gemessenen Korngrößenanteile weichen von den mit dem Pipette-Verfahren gemessenen Werten ab. Mittels nicht-linearer Regression können die systematischen Einflüsse der anderen Fraktionen in der Umrechnung berücksichtig werden. Die folgenden, mit der Methode der nicht-linearen Regression an 482 gemessenen Proben ermittelte Berechnungsfunktionen geben an, wie die Röntgen-Granulometer-Analysen an die Pipette-Analysen angeglichen werden können.

Regressionsfunktionen zur Umrechnung der Röntgen-Granulometer-Ergebnisse in Pipette-Werte

$\text{Pipette}_{<2\,\mu m} = 0.664 * \text{Sed}_{<2\,\mu m} + 0.405 * \text{Sed}_{2\text{-}6.3\,\mu m}$

$\text{Pipette}_{2-6.3\,\mu m} = 0.008 * \text{Sed}_{<2\,\mu m} + 0.739 * \text{Sed}_{2\text{-}6.3\,\mu m} + 0.020 * \text{Sed}_{6.3-20\,\mu m}$

$\text{Pipette}_{6.3\text{-}20\,\mu m} = 0.234 * \text{Sed}_{2\text{-}6.3\,\mu m} + 0.746 * \text{Sed}_{6.3-20\,\mu m} + 0.075 * \text{Sed}_{20\text{-}63\,\mu m}$

$\text{Pipette}_{20\text{-}63\,\mu m} = 0.215 * \text{Sed}_{6.3-20\,\mu m} + 1.193 * \text{Sed}_{20-63\,\mu m}$

$\text{Pipette}_{>63\,\mu m} = 1.048 * \text{Sed}_{>63\,\mu m}$

Anpassung der Summe aller Fraktionen an 100 %

$P_{<2} = 100 * P1_{<2} / (P1_{<2} + P1_{2-6.3} + P1_{6.3-20} + P1_{20-63} + P1_{>63})$

$P_{2-6.3} = 100 * P1_{2-6.3} / (P1_{<2} + P1_{2-6.3} + P1_{6.3-20} + P1_{20-63} + P1_{>63})$

$P_{6.3\text{-}20} = 100 * P1_{6.3\text{-}20} / (P1_{<2} + P1_{2-6.3} + P1_{6.3-20} + P1_{20-63} + P1_{>63})$

$P_{20\text{-}63} = 100 * P1_{20\text{-}63} / (P1_{<2} + P1_{2-6.3} + P1_{6.3-20} + P1_{20-63} + P1_{>63})$

$P_{>63} = 100 * P1_{>63} / (P1_{<2} + P1_{2-6.3} + P1_{6.3-20} + P1_{20-63} + P1_{>63})$

Fehlerabschätzung

Der Unterschied zwischen Röntgen-Granulometer-Analysen und Pipette-Analysen wurde für jede Fraktion und jede der 482 Proben berechnet, ebenso der Unterschied zwischen korrigierten Röntgen-Granulometer-Analysen (P <2,..,P>63) und Pipette-

Analysen. Von allen Differenzen wurden Mittelwert und Standardabweichung bestimmt.

Tabelle1: Mittelwerte in Gewichts % der Messwert-Differenzen zwischen Röntgen-Granulometer-Analysen und Pipette-Analysen (n = 482)

Fraktion	<2 µm	2 - 6.3 µm	6.3 – 20 µm	20 – 63 µm	>63 µm
Ohne Korrektur	3.9	1.3	0.5	-5.1	-0.6
Mit Korrektur	-0.5	-0.3	0.2	0.1	0.5

Tabelle2: Standardabweichungen in Gewichts % der Messwert-Differenzen zwischen Röntgen-Granulometer-Analysen und Pipette-Analysen (n = 482)

Fraktion	<2 µm	2 - 6.3 µm	6.3 – 20 µm	20 – 63 µm	>63 µm
Ohne Korrektur	6.7	3.4	4.7	6.1	3.9
Mit Korrektur	5.5	2.7	3.4	4.4	4.2

Die Ergebnisse zeigen:

- Die Mittelwerte der Differenzen liegen nach der Korrektur wesentlich näher bei Null. D.h. es gibt weniger systematische Verzerrungen. Bei den feineren Fraktionen <2 µm und 2 – 6,3 µm liegt der korrigierte Wert bei -0,5 bzw. -0,3 Gewichts %, also unterhalb des Mittelwertes, bei den Fraktionen 6,3 – 20 µm, 20 – 63 µm und > 63 µm liegt der korrigierte Wert bei 0,2 bzw. 0,1 und 0,5 Gewichts % und somit geringfügig oberhalb des Mittelwertes. Die Fraktion > 63 µm repräsentiert hier die Klasse 63 – 112 µm, der Korrekturwert bezieht sich auf die vom Röntgen-Granulometer dargestellte Streuung, nicht auf den abgeschlämmten Sand.
- Die Standardabweichungen sind nach der Korrektur geringer. D.h. die korrigierten Röntgen-Granulometer-Werte liegen mit Ausnahme der >63 µm - Fraktion näher an den Pipette-Werten als die gemessenen Röntgen-Granulometer-Werte.

Boden	Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) und Feinbodenvorrat (FBV)	Länder [NI, HE, ST, SH)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272	**HBU: 11.6b; 5.1.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Wenn der Boden grobbodenfrei ist oder der Grobboden-Anteil unter 5 % liegt, kann die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) der Trockenrohdichte des Gesamtbodens (TRD_{ges}) annähernd gleich gesetzt werden. Mit einem Stechzylinder wird im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Trockenrohdichte des Feinbodens bestimmt werden.
Bei Grobboden-Anteilen über 5 % muss der Feinboden-Anteil abgesiebt, gewogen und sein Volumen direkt oder indirekt über die Bestimmung des Grobboden-Volumens bestimmt werden. Des Weiteren muss die Dichte des Grobbodens (spezifisches Gewicht) bekannt sein oder ermittelt werden.
Bei Grobboden mit Anteilen der Fraktion > 20 mm ist eine repräsentative Probenahme mit Stechzylindern nicht mehr möglich. In diesen Fällen müssen die Grobboden-Fraktionen und –Anteile durch zusätzliche Probenahmen mit Spaten oder Schippe und/oder Schätzungen am Bodenprofil ermittelt werden.

2. Störungen:

Die Bestimmung der Trockenrohdichte des Feinbodens ist fehlerhaft, wenn neben Grobboden-Anteilen nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder (bzw. Stechkappen, Ministechzylinder)
Spaten, Schippe
Trockenschrank
Metallsieb, 2 mm
Bodenmühle mit 2 mm Sieb
Metallsieb 6,3 mm
Metallsieb, 20 mm
Metallsieb, 63 mm
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.
Bei der Probenahme muss der Probenehmer je nach Skelettgehalt der Tiefenstufe zwischen 5 Varianten unterscheiden. Teilweise müssen neben den Stechzylinderproben oder Stechkappen/Ministechzylinderproben auch noch Spaten/Schippenproben genommen und bestimmte Steinfraktionsanteile am Bodenprofil geschätzt werden. Beim Probeneingang ist daher darauf zu achten, dass alle nötigen Informationen vom Probenehmer mitgeliefert werden.
Folgende Informationen sind für die spätere Bearbeitung und Berechnung nötig:

Variante	Proben	Feldinformationen
7.1	Stechzylinderprobe	Anzahl und Volumen der Stechzylinder Tiefenstufenmächtigkeit
7.2	Stechzylinderprobe, ev. Grobbodendichteprobe	Anzahl und Volumen der Stechzylinder Tiefenstufenmächtigkeit Grobbodendichte
7.3	Stechzylinderprobe, ev. Grobbodendichteprobe	Anzahl und Volumen der Stechzylinder Tiefenstufenmächtigkeit Schätzung des Skelettanteils > 20 mm am Profil Grobbodendichte
7.4	Stechzylinderprobe, Spaten/Schippen-Probe, ev. Grobbodendichteprobe	Anzahl und Volumen der Stechzylinder Tiefenstufenmächtigkeit Schätzung des Skelettanteils > 63 mm am Profil Grobbodendichte
7.5	Stechkappen/Ministechzylinderprobe, Spaten/Schippen-Probe, ev. Grobbodendichteprobe	Anzahl, Volumen und Leergewicht der Stechkappen/Ministechzylinder Tiefenstufenmächtigkeit Schätzung des Skelettanteils > 63 mm am Profil Grobbodendichte

Stechzylinder- oder Stechkappen/Ministechzylinderproben sind nur mit der Proben-Nr. beschriftet. Spaten/Schippenproben sind mit einem S hinter der Proben-Nr. versehen, reine Grobbodendichteproben mit einem D und Spaten/Schippenproben, aus denen auch eine Grobbodendichtebestimmung erfolgen soll, mit einem SD.
Im Folgenden sind die Durchführungen der Trockenrohdichte-, Feinbodenvorrats- und Skelettanteil-Bestimmungen und Berechnungen für die 5 Varianten beschrieben.

7.1 Mineralboden ohne Grobboden-Anteil oder mit einem Anteil < 5 %:

Für diesen Fall gilt: $TRD_{ges} = TRD_{FB}$.
Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Die Trockenrohdichte (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SZ}{V_{ges}SZ}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100$$

wobei

FBV Feinbodenvorrat (t/ha)
TRD_{FB} Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$M_{ges}SZ$ Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

7.2 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine < 20 mm):

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$ Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{FB}SZ$ Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{ges}SZ$ Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinbodenvorrat errechnet sich wie folgt:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{V_{GB}SZ}{V_{ges}SZ}\right) = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV Feinbodenvorrat (t/ha)
TRD_{FB} Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:
1. Falls die Dichte des Grobbodens nicht bekannt ist, muss das Grobboden-Volumen durch Tauchwägung ermittelt werden.
2. Wenn die Stechzylinderprobe durch das Trocknen stark zusammen backt, kann es sinnvoll sein, die Probe mit einem Backenbrecher vor dem Sieben zu zerkleinern. Dafür sollten die großen Steine vorher aussortiert sein.
3. Bei nicht bindigen Böden (Sand) kann das Waschen und Trocknen der Steine entfallen.
4. Die Siebung der Mineralbodenprobe kann auch mit einer Bodenmühle erfolgen. In diesem Fall ist wie folgt vorzugehen: Bei der Bodenmühle die Boden-Auffangschublade unter dem Gerät befestigen, die Staubabsaugung einschalten und die trockene Stechzylinderprobe in den Einfülltrichter füllen, bis dieser maximal bis zum Rand gefüllt ist (maximale Füllmenge ca. 500 g). Danach Deckel des Trichters schließen. Die Schaltuhren „high speed time“ und „low speed time“ einstellen (ca. 30 s und 15 s). Mühle durch Drücken der Starttaste in Betrieb setzen. Die Mühle läuft zunächst mit hoher Geschwindigkeit (high speed), um die Probe durch das Sieb zu bürsten und anschließend mit langsamer Geschwindigkeit (low speed), um Steine und nicht zerkleinertes Material in die Steinschublade auszukehren. Nach Stillstand der Mühle die Steine aus der Steinschublade entnehmen und auf ein 2 mm Sieb schütten. Die Bodenprobe aus der Boden-Auffangschublade auf ein 2 mm Metallsieb schütten und soviel Feinmaterial wie möglich absieben und verwerfen. Die Steine und den Siebrückstand mit warmem Wasser solange waschen, bis der anhaftende Boden

vollständig entfernt ist. Die Steine in Bechergläser füllen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Die Steine auf 0,1 g genau wiegen.

7.3 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die nicht repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine > 20 mm):

7.3.1 Beprobung mit Stechzylinder, Schätzung des Grobbodenanteils > 20 mm am Profil

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen. Danach wird der Siebrückstand mit einem 20 mm Sieb gesiebt und die Siebfraktion 2 – 20 mm gewogen.
Für den Grobbodenanteil> 20 mm muss eine Schätzung von der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{0{,}66 \times VAnt_{GB>20}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-20}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>20}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 20 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Angabe in Flächen-%; Umrechnung in Volumen-% erfolgt durch Faktor 0,66 in der Formel!]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB2-20}SZ$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 – 20 mm in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

7.3.2 Beprobung mit Stechzylinder und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:

Eine Mineralbodenprobe wird im Feld mit einem Stechzylinder aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen. Im Labor werden beide Proben dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Stechzylinderprobe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftenden Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.
Die Spatenprobe wird ebenfalls bei 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Die Spatenprobe wird dann mit einem 2 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand anschließend mit einem 63 mm Sieb. Die so erhaltene Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm wird ebenso gewogen wie die Fraktion > 63 mm.
Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss zusätzlich eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$ Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{FB}SZ$ Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{ges}SZ$ Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) auf der Basis der Schätzung des Grobbodens > 63 mm am Profil wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times ....$$

...

$$\times \left(1 - \frac{0{,}66 \times VAnt_{GB>63}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges}SCH - M_{GB2-63}SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}} \right)$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV_{Sch}) auf der Basis der Grobbodenbestimmung > 63 mm aus den Spaten-/Schippenproben-Daten wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV_{Sch} = TRD_{FB} \times d \times 100 \times$$

$$... \times \left(1 - \frac{\frac{M_{GB>63}SCH}{D_{GB}}}{\frac{M_{GB>63}SCH + M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} + \frac{M_{FB}SCH}{TRD_{FB}}} - \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges}SCH - M_{GB>63}SCH - M_{GB2-63}SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}} \right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>63}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 63 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Angabe in Flächen-%; Umrechnung in Volumen-% erfolgt durch Faktor 0,66 in der Formel!]
$M_{GB2-63}SCH$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 mm – 63 mm in der Schippen-/Spatenprobe [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]
$M_{ges}SCH$	Masse der Schippen-/Spatenprobe [g]
$M_{FB}SCH$	Masse des Feinbodens der Schippen-/Spatenproben [g]
$M_{GB>63}SCH$	Masse des Grobbodens > 63 mm der Schippen-/Spatenproben [g]

Der Skelettanteil (SKA [%]) auf der Basis der Schätzung des Grobbodens > 63 mm am Profil wird nach folgender Formel berechnet:

$$SKA = 0{,}66 \times VAnt_{GB>63}PROF + \left(100 - 0{,}66 \times VAnt_{GB>63}PROF\right) \times \left(\frac{\frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}}{\frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} + \frac{M_{FB}SCH}{TRD_{FB}}} \right)$$

Der Skelettanteil (SKA_{SCH} [%]) auf der Basis der Grobbodenmasse > 63 mm aus den Spaten-/Schippenproben-Daten wird nach folgender Formel berechnet:

$$SKA_{SCH} = 100 \times \frac{\frac{M_{GB2-63}SCH + M_{GB>63}SCH}{D_{GB}}}{\frac{M_{GB2-63}SCH + M_{GB>63}SCH}{D_{GB}} + \frac{M_{FB}SCH}{TRD_{FB}}}$$

Sollten sich nach der Berechnung des Skelettanteils auf der Basis der Profilschätzung und des Skelettanteils auf der Basis der Spaten-/Schippenproben-Daten Unterschiede > 10 % ergeben, so sollte anhand des Profil-Fotos geprüft werden, welcher Skelettanteil realistischer ist. Der geschätzte Skelettanteil aus der Fotoauswertung ist ebenfalls in die entsprechenden Datenlisten bzw. das LIMS zur weiteren Verrechnung einzutragen. Er wird dann für die endgültige Berechnung des Feinbodenvorrats verwendet. Andernfalls ist der Mittelwert aus dem Skelettanteil auf der Basis der Profilschätzung und dem Skelettanteil auf der Basis der Schaufelproben-Daten zu verwenden.
Der Feinbodenvorrat wird berechnet nach der Formel:
$FBV = TRD_{FB} * d * (100 - SKA_{Foto})$

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

7.3.3 Beprobung mit Stechkappen/Ministechzylinder und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:

Mit Stechkappen oder Mini-Stechzylindern (n >= 5) werden aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden mehrere Proben entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen.
Im Labor werden die Stechkappen/Ministechzylinder mit Inhalt bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und alle gemeinsam gewogen. Anschließend wird das Leergewicht der Stechkappen/Ministechzylinder vom Gesamtgewicht abgezogen.
Die Spatenprobe wird bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Anschließend wird die Spatenprobe mit einem 2 mm Sieb gesiebt und die Fraktion <2 mm gewogen. Der Siebrückstand wird anschließend mit einem 63 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand > 63 mm gewogen. Das aufgefangene Siebgut 2-63 mm wird ebenfalls gewogen und anschließend mit einem 6,3 mm Sieb gesiebt. Das Siebgut 2-6,3 mm wird gewogen.
Die erhaltenen Fraktionen < 2 mm, 2 – 6.3 mm, 2 – 63 mm und > 63 mm werden gewogen.

Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss zusätzlich eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.

Aus dem Gewicht der Probe < 6.3 mm und dem Gewicht der Grobbodenfraktion 2 mm – 6.3 mm kann Faktor f, welcher näherungsweise den Grobbodenanteil in der Stechkappe wiedergibt, wie folgt berechnet werden:

$$f = \frac{M_{GB2-6.3}SCH}{M_{GB<6.3}SCH}$$

wobei

$M_{GB2-6.3}SCH$	Masse der Fraktion 2 mm – 6.3 mm eines Aliquots der Schippen-/Spatenprobe [g]
$M_{GB<6.3}SCH$	Masse der Fraktion < 6.3 mm in diesem Aliquot der Schippen-/Spatenprobe [g]

Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SK \times (1 - f)}{V_{ges}SK - \frac{M_{ges}SK \times f}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{ges}SK$	Masse der mittels Stechkappen/Ministechzylinder entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SK$	Volumen der Stechkappen/Ministechzylinder [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) auf der Basis der Schätzung des Grobbodens > 63 mm am Profil, der Feinboden-Vorrat (FBV_{Sch}) auf der Basis der Spaten-/Schippenproben-Daten, der Skelettanteil (SKA [%]) auf der Basis der Schätzung des Grobbodens > 63 mm am Profil und der Skelettanteil (SKA_{SCH} [%]) auf der Basis der Spaten-/Schippenproben-Daten werden nach den gleichen Formeln wir in 7.3.2 berechnet.

Sollten sich nach der Berechnung des Skelettanteils auf der Basis der Profilschätzung und des Skelettanteils auf der Basis der Spaten-/Schippenproben-Daten Unterschiede > 10 % ergeben, so sollte anhand des Profil-Fotos geprüft werden, welcher Skelettanteil realistischer ist. Gegebenenfalls wird der geschätzte Skelettanteil aus der Fotoauswertung für die endgültige Berechnung des Feinbodenvorrats verwendet. Andernfalls ist der Mittelwert aus dem Skelettanteil auf der Basis der Grobbodenn > 63 mm-Profilschätzung und dem Skelettanteil auf der Basis der Spaten-/Schippenproben-Daten zu verwenden.
Der Feinbodenvorrat wird berechnet nach der Formel:

$$FBV = TRD_{FB} * d * (100 - SKA_{Foto})$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte
2. Riek, W., Wolff, B. (2006): Evaluierung von Verfahren zur Erfassung des Grobbodenanteils von Waldböden – Erarbeitung von Empfehlungen für die Anwendung dieser Verfahren im Rahmen der Bodenzustandserhebung im Wald. Studie im Auftrag des BMVEL. 59 S.

ANHANG 1

Tauchwägemethode zur Bestimmung der Grobbodendichte von Steinen

Auf eine Oberschalenwaage (Genauigkeit +/- 0,1 g) wird eine Auffangschale gestellt und die Waage auf Tara gestellt. Dann wird ein Kunststoff-Becherglas (5 l) in die Auffangschale gestellt und mit Wasser bis zum Rand gefüllt, so dass gerade noch kein Wasser überläuft.
Danach werden die getrockneten und gewogenen Steine vorsichtig in das Becherglas gegeben; das verdrängte Wasser läuft dadurch über in die Auffangschale.
Das Becherglas wird nun vorsichtig aus der Auffangschale genommen (Achtung: es darf kein Wasser dabei überlaufen!) und auf der Waagenanzeige die aufgefangene Wassermenge abgelesen.
Die Dichte der Steine errechnet sich dann wie folgt:

$$D_{GB} = \frac{M_{GB}[g]}{V_{GB}[ml]}$$

Boden Humus	Teil A3.1: Bodenazidität	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	pH-Wert im Humus/Boden	BZE Level I+II Länder

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Die Aktivität der Wasserstoffionen ist auf Grund von Ionenwechselwirkungen etwas geringer als deren Konzentration. Für den Zusammenhang zwischen Wasserstoffionen-Konzentration (mol/l) und -Aktivität gilt:

$$a(H^+) = f * c(H^+)$$

Der Aktivitätskoeffizient f ist abhängig von der Ionenstärke der Messlösung und kann theoretisch mit Hilfe von verschiedenen Gleichungen (nach Debye-Hückel oder Davies) bei Kenntnis der ionaren Zusammensetzung der Lösung berechnet werden.

Bei Vergleichen von pH-Werten von Humus- oder Bodensuspensionen mit Wasser oder Salzlösungen wurden diese in der Regel mit ionenaktivitätssensitiven Glaselektroden gemessen. Umrechnungen sind daher in der Regel nicht erforderlich.

Ionenstärke-Unterschiede zwischen Lösungen mit bekannten pH-Werten und den Messlösungen wirken sich jedoch auf die Kalibrierung des aus Referenz- und Glaselektrode (oder der Kombination beider in so genannten Einstab-Messketten) bestehenden Messsystems aus. Es wird davon ausgegangen, das Unterschiede zwischen den Ionenstärken handelsüblicher Standard-Pufferlösungen zur Kalibrierung des Messsystems und Bodenextrakten zu vernachlässigen sind.

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer Salzlösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Salz-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

Die pH-Absenkung ist abhängig von der Salzlösungskonzentration und der Art des Salzkations.
Es gilt in der Regel: pH(H_2O) > pH(0,01 M $CaCl_2$) > pH(1M KCl)

Boden Humus	pH-Wert in H_2O (pH BZE 1)	BZE (1)
Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	HBU: in Anlehnung an HBU 3.5.1b	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:

Demineralisiertes Wasser
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1b** angegebenen Methode orientieren. Die Probe:Lösungs-Verhältnisse sind für Humusproben jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:

Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit $H_2O_{demin.}$ im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:

Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit $H_2O_{demin.}$ im Gewichtsverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:

Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) pH-Wert (H_2O) Methode A3.1.1.2: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2014) um 0,061 pH-Einheiten

bei Boden- und um 0,071 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1).

9. Literatur:

1. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Norm-entwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der pH-Bestimmung im Boden und Humus zwischen den Methoden A3.1.1.1 und A3.1.1.2

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.1.1.1 (in Anlehnung an DIN 19684-1):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden/Humus-Lösungsverhältnis 1:2,5; gewichtsbezogen

b. **A3.1.1.2 (in Anlehnung an DIN ISO 10390):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden/Humus-Lösungsverhältnis 1:5; volumenbezogen

2. Durchführung:

An 350 Bodenproben und 116 Humusproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die pH(H2O)-Werte mit beiden genannten Methoden gemessen. Die Spanne der pH-Werte lag zwischen 3 und 8,2 bei den Mineralböden und 3 und 6 bei den Humusproben.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es eine gute Korrelation (siehe Graphik 1a und 1b) mit R^2 = 0,9953 (Bodenproben) bzw. 0,9951 (Humusproben). Allerdings liegen die Werte der Methode A3.1.1.1 im Mittel um 0,061 pH-Einheiten (Bodenproben) bzw. 0,071 pH-Einheiten (Humusproben) niedriger. Dies zeigt eine Auswertung der Differenzen der pH-Werte der beiden Methoden, die über den gesamten pH-Bereich ähnlich ist (siehe Graphik 2a und 2b).
Daher können die pH-Werte beider Methoden wie folgt ineinander umgerechnet werden:
pH (A3.1.1.1 Boden) = pH (A3.1.1.2 Boden) - 0,061
pH (A3.1.1.2 Boden) = pH (A3.1.1.1 Boden) + 0,061
pH (A3.1.1.1 Humus) = pH (A3.1.1.2 Humus) - 0,071
pH (A3.1.1.2 Humus) = pH (A3.1.1.1 Humus) + 0,071

4. Literatur:

---

5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Graphik 1a:

Vergleich pH(H2O) Boden:
Methode A3.1.1.1 gegen A3.1.1.2

pH (H2O) A3.1.1.2

9
8
7
6
5
4
3

y = 0,9984x + 0,0679
R^2 = 0,9953

3 4 5 6 7 8 9

pH (H2O) A3.1.1.1

Graphik 2a:

Differenz pH(H2O) Boden:
Methode A3.1.1.1 minus 3.1.1.2

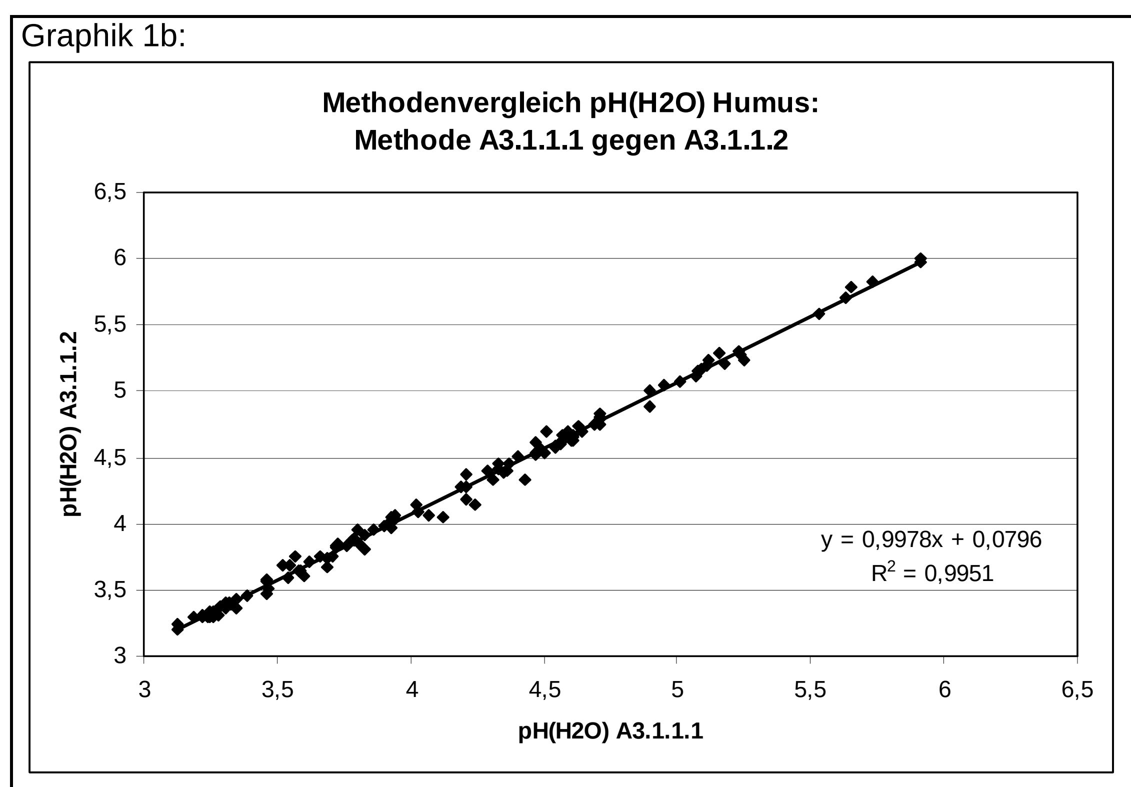
pH(H2O)

0,40
0,30
0,20
0,10
0,00
-0,10
-0,20
-0,30
-0,40

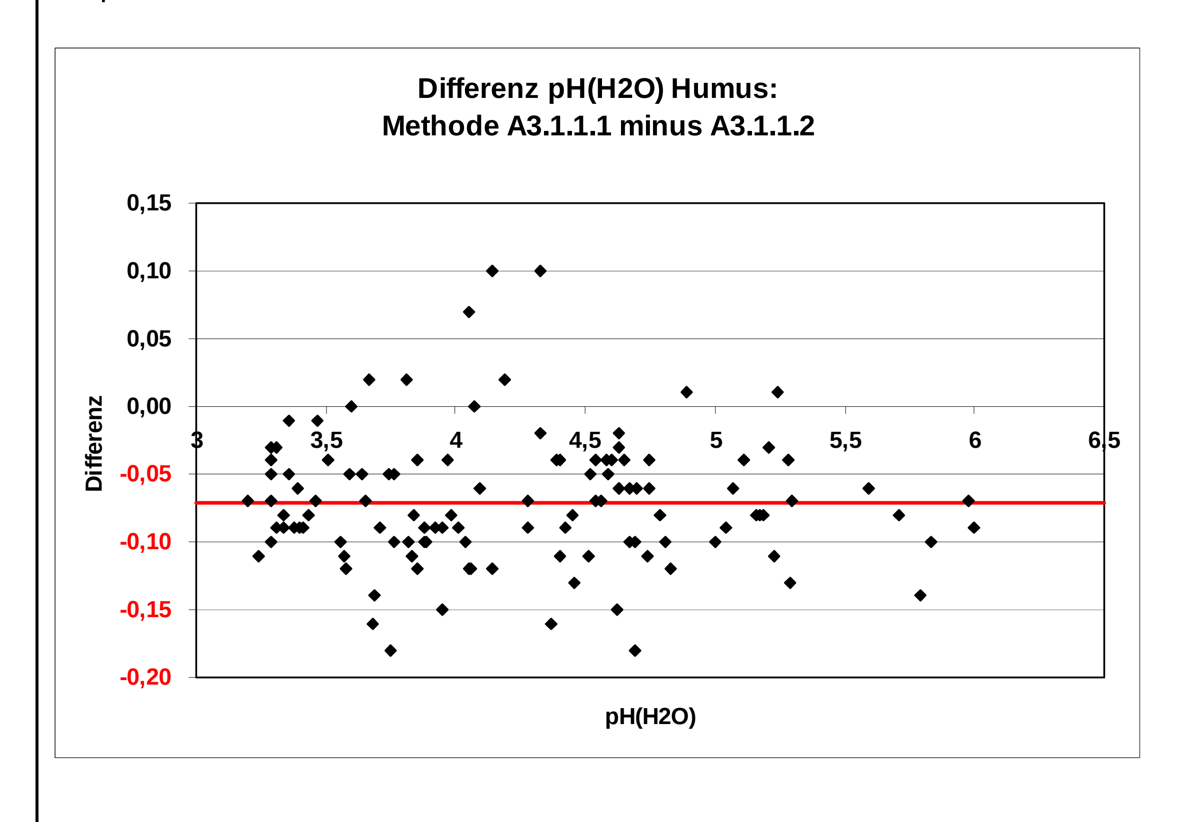
3 5 6 7 8 9

Differenz

Graphik 1b:



Graphik 2b:



Boden Humus	pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	HBU: 11.11a; 3.5.1a	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:

Demineralisiertes Wasser
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a.) Herstellung der Suspension:

Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) $H_2O_{demin.}$ versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:

Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	76.1.5

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert (H_2O) Methode A3.1.1.1: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2012) um 0,061 pH-Einheiten bei Boden- und um 0,071 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1, Methode A3.1.1.1).

9. Literatur:

1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie

Boden Humus	**pH-Wert in 1M KCl (pH BZE 1)**	**BZE (1)**

Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	**HBU: in Anlehnung an HBU 3.5.1b**

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.

Durch den Zusatz einer 1 M KCl-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte K-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.

Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
1 M KCl-Lösung: 74,56 g KCl in einem Messkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l auffüllen

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an den in **HBU 3.5.1b** angegeben Methoden orientieren. Die Probe:Lösungs-Verhältnisse für Humusproben sind jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:
Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit 1M KCl-Lösung im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:
Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit 1M KCl-Lösung im Gewichts-Verhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	**HFA-Methode Teil D**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert (KCl) Methode A3.1.1.4: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2012) um 0,06 pH-Einheiten bei Boden- und um 0,046 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1).

b) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.5: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991).

c) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.6: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Im Rahmen der Vorstudie zur BZE II wurde festgestellt, dass bei den pH-Werten von Bodenproben und Humusauflagen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher liegen als die in KCl gemessenen Werte (Evers et. al. 2002).

9. Literatur:

1. Block et. al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. - Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
4. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
5. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustandserhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 203 ff.
6. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
7. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der pH-Bestimmung im Boden und Humus zwischen den Methoden A3.1.1.3 und A3.1.1.4

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.1.1.3 (in Anlehnung an DIN 19684-1):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden/Humus-Lösungsverhältnis 1:2,5; gewichtsbezogen

b. **A3.1.1.4 (in Anlehnung an DIN ISO 10390):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden/Humus-Lösungsverhältnis 1:5; volumenbezogen

2. Durchführung:

An 350 Bodenproben und 112 Humusproben aus dem Level II-Programm der Nordwest-deutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die pH(KCl)-Werte mit beiden genannten Methoden gemessen. Die Spanne der pH-Werte lag zwischen 2,5 und 7,5 für Mineralböden und 2,5 und 6 für Humusproben.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es eine gute Korrelation (siehe Graphik 1 a,b) mit R^2 = 0,9968 für Böden bzw. 0,9988 für Humus. Allerdings liegen die Werte der Methode A3.1.1.3 im Mittel um 0,06 pH-Einheiten für Böden und 0,046 pH-Einheiten für Humus niedriger. Dies zeigt eine Auswertung der Differenzen der pH-Werte der beiden Methoden, die über den gesamten pH-Bereich ähnlich ist (siehe Graphik 2 a,b).
Daher können die pH-Werte beider Methoden wie folgt ineinander umgerechnet werden:
pH (A3.1.1.3 Boden) = pH (A3.1.1.4 Boden) - 0,06
pH (A3.1.1.4 Boden) = pH (A3.1.1.3 Boden) + 0,06
pH (A3.1.1.3 Humus) = pH (A3.1.1.4 Humus) - 0,046
pH (A3.1.1.4 Humus) = pH (A3.1.1.3 Humus) + 0,046

4. Literatur:
---

5. Durchführendes Labor:
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Graphik 1a:

Vergleich pH(KCl):
Methode A3.1.1.3 gegen A3.1.1.4

pH(KCl) A3.1.1.4

pH(KCl) A3.1.1.3

$y = 1{,}0178x - 0{,}0082$
$R^2 = 0{,}9968$

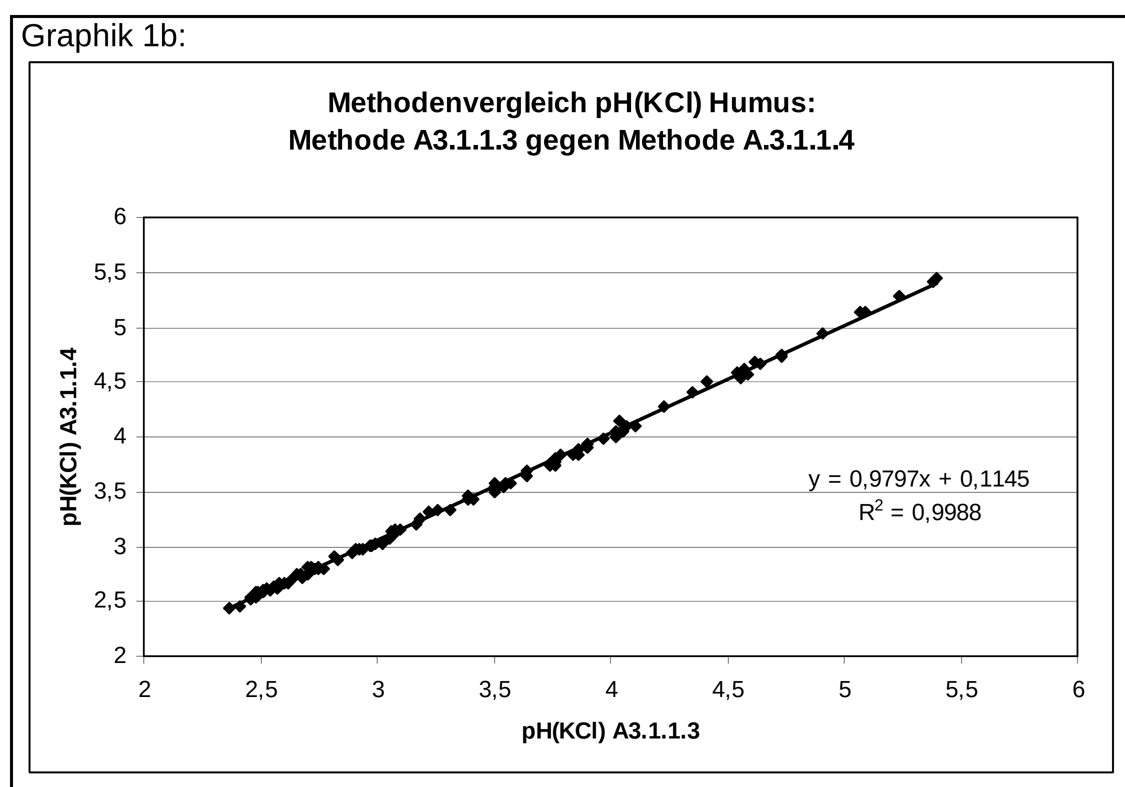
Graphik 2a:

Differenz pH(KCl) Boden:
Methode A3.1.1.3 minus A3.1.1.4

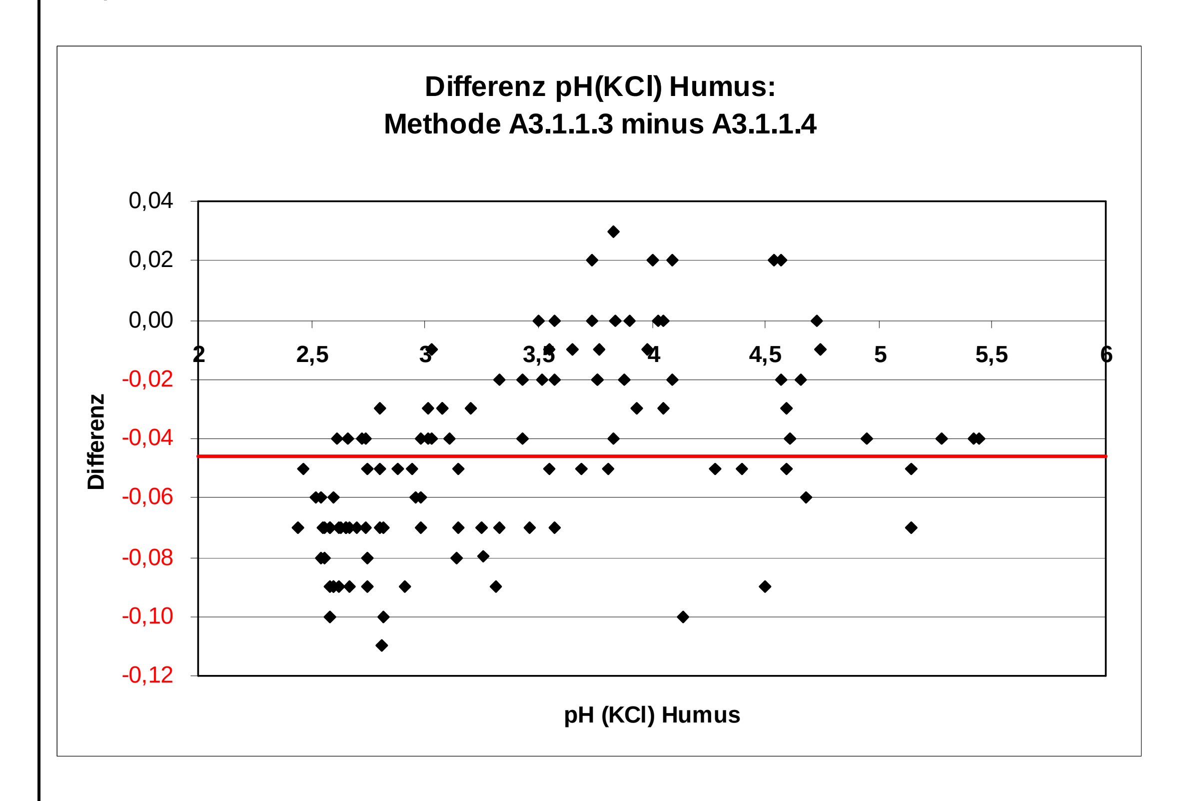
Differenz

pH(KCl)

Graphik 1b:



Graphik 2b:



Boden Humus	pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 2)	BZE (2)

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	HBU: 11.11b; 3.5.1a

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 1 M KCl-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte K-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\,H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\,H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
1 M KCl-Lösung: 74,56 g KCl in einem Messkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l auffüllen

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a) Herstellung der Suspension:
Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) 1 M KCl-Lösung versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Glasstab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert (KCl) Methode A3.1.1.3: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2012) um 0,06 pH-Einheiten bei Boden- und um 0,046 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1, Methode A3.1.1.3).

9. Literatur:

1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH Niedersachsen)	Länder (NI u.a.)
Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	HBU: 3.5.1b	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2$*2H_2O) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2$*2H_2O, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 bzw. A1.2.2 (EU) und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1b** angegeben Methode orientieren.
a) Herstellung der Suspension:
a.1.) Humus:
Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit 0,01 M $CaCl_2$-Lösung im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem -Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:
Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit 0,01 M $CaCl_2$-Lösung im Gewichtsverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben. Bei alkalischen Proben kann eine 3-Punkt-Eichung sinnvoll sein.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Glasstab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH(KCl), Methode A3.1.1.3: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991).
b) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.6: Die pH-Werte sollten nur sehr gering von einander abweichen; es liegen jedoch keine Vergleichsuntersuchungen vor.
c) pH-Wert ($CaCl_2$) Methode A3.1.1.7: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2012) um 0,045 pH-Einheiten bei Boden- und um 0,046 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1).

9. Literatur:

1. Block et.al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
4. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der pH-Bestimmung im Boden zwischen den Methoden A3.1.1.5 und A3.1.1.7

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

b. **A3.1.1.5 (in Anlehnung an DIN 19684-1):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden-Lösungsverhältnis 1:2,5; gewichtsbezogen; Humus-Lösungsverhältnis 1:2,5 volumenbezogen

c. **A3.1.1.7 (in Anlehnung an DIN ISO 10390):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Boden/Humus-Lösungsverhältnis 1:5; volumenbezogen

2. Durchführung:

An 350 Bodenproben und 71 Humusproben aus dem Level II-Programm der Nordwest-deutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die pH($CaCl_2$)-Werte mit beiden genannten Methoden gemessen. Die Spanne der pH-Werte lag zwischen 2,5 und 7,5 und 2,5 und 5,5 bei Humusproben

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es eine gute Korrelation (siehe Graphik 1 a,b) mit R^2 = 0,9982 (Boden) bzw. 0,9986 (Humus). Allerdings liegen die Werte der Methode A3.1.1.5 im Mittel um 0,045 pH-Einheiten bei Boden und 0,046 pH-Einheiten bei Humus niedriger. Dies zeigt eine Auswertung der Differenzen der pH-Werte der beiden Methoden, die über den gesamten pH-Bereich ähnlich ist (siehe Graphik 2 a.b).
Daher können die pH-Werte beider Methoden wie folgt ineinander umgerechnet werden:
pH (A3.1.1.5 Boden) = pH (A3.1.1.7 Boden) - 0,045
pH (A3.1.1.7 Boden) = pH (A3.1.1.5 Boden) + 0,045
pH (A3.1.1.5 Humus) = pH (A3.1.1.7 Humus) - 0,046
pH (A3.1.1.7 Humus) = pH (A3.1.1.5 Humus) + 0,046

4. Literatur:

---

5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Graphik 1a:

Methodenvergleich pHCaCl2 (Boden):
Methode A3.1.1.5 gegen A3.1.1.7

pH(CaCl2) A3.1.1.7

8
7
6
5
4
3
2

2 3 4 5 6 7 8

pH(CaCl2) A3.1.1.5

y = 1,0024x + 0,0353
R^2 = 0,9982

Graphik 2a:

Differenz pH(CaCl2) Boden:
Methode A3.1.1.5 minus A3.1.1.7

Differenz

0,10
0,05
0,00
-0,05
-0,10
-0,15
-0,20
-0,25

2 3 4 5 6 7 8

pH(CaCl2)

Graphik 1b:

Methodenvergleich pHCaCl2 (Humus):
Methode A3.1.1.5 gegen A3.1.1.7

y = 0,9797x + 0,114
R^2 = 0,9986

pH(CaCl2) A3.1.1.7

pHCaCl2) A3.1.1.5

Graphik 2b:

Differenz pH(CaCl2) Humus:
Methode A3.1.1.5 minus A3.1.1.7

Differenz

pH(CaCl2)

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH EU 1)	Level I+II (1)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	HBU: in Anlehnung an 3.5.1a	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\, H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\, H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:

Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2*2H_2O$) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:

0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2*2H_2O$, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.2 (EU) und A1.3.1

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren. Die Boden/Lösungsverhältnisse sind jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:

5 g der gesiebten Humusprobe werden in eine 200 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt.

a.2.) Boden:

20 g der gesiebten Bodenprobe werden in eine 200 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt.
Das jeweilige Gemisch wird 2 Stunden in der verschlossenen PE-Flasche auf einer Schüttelmaschine geschüttelt.

b) Messung des pH-Wertes:

Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Nach dem Absetzen der Feststoffe wird der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	76.1.5

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.

2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH(KCl), Methode A3.1.1.3: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991). Zum gleichen Ergebnis kommt die Vorstudie zur BZE II für Humus- und Bodenproben (Evers et. al. 2002).

b) pH(CaCl2), Methode A3.1.1.5: Die pH-Werte sollten nur sehr gering von einander abweichen; es liegen jedoch keine Vergleichsuntersuchungen vor.

9. Literatur:

1. Block et.al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
4. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustandserhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 203 ff.
5. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
6. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
7. UNEC: Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Hamburg, Prag 1994

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	**HBU: 11.11c; 3.5.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\, H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\, H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2$*$2H_2O$) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2$*$2H_2O$, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a) Herstellung der Suspension:
Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	**HFA-Methode Teil D**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert ($CaCl_2$) Methode A3.1.1.5: die Werte weichen nach einer Vergleichsuntersuchung von Fortmann und König (2014) um 0,045 pH-Einheiten bei Boden- und um 0,046 pH-Einheiten bei Humusproben von einander ab (siehe Anhang 1, Methode A3.1.1.5).

9. Literatur:

1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff

Boden Humus	**pH-Wert in 0,1M KCl (pH Brandenburg / Mecklenburg-Vorpommern)**	**Länder (BB,MV)**
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwertes der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Bodensuspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+ -Ionenaktivität.. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl- und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate) bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,1 M KCl-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Humusstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte K-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \dashrightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberfläche mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Messzylinder
Messlöffel
Glasstab

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Pufferlösung pH 4,01 (20°C)
Pufferlösung pH 6,86 (20°C)

5. Lösungen:
0,1 M KCl-Lösung: 7,456 g KCl in einem Messkolben mit H_2O demin. auffüllen.

6. Probenvorbereitung
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegebenen Methode orientieren.

a) Herstellung der Suspension
Ein Messlöffel (ca. 20 ml Vol., mindestens aber 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in ein Becherglas gegeben, mit der 2,5-fachen Menge (Vol.) 0,1 M KCl-Lösung versetzt, gut gerührt und unter gelegentlichem Rühren mindestens 2, max. 24 Std. stehen gelassen.

b) Messung des pH-Wertes
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Glasstab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wässrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	**HFA-Methode Teil D**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen (bzw. alle Proben vor der Messung über Nacht stehen zu lassen)
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit H_2O_{demin} abgespült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden

---

9. Literatur

1. DIN ISO 10390, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normenentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie

Boden Humus	Teil A3.2: Extraktionsverfahren	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Kationenaustauschkapazitäts-bestimmungen	BZE Level I+II Länder

Feste Bodenteilchen (vorwiegend Tonminerale und organische Substanz) besitzen die Fähigkeit, an ihrer Oberfläche sowohl Gase aus der Bodenluft als auch Moleküle und Ionen aus der wässrigen Bodenlösung zu adsorbieren. Die Adsorption von Ionen ist mit der Desorption einer äquivalenten Menge anderer Ionen verknüpft, die dann in die Bodenlösung übergehen. Der Boden verhält sich bei diesem Vorgang wie ein Ionenaustauscher. Die Summe aller an der Bodenoberfläche bei pH 7-7.5 austauschbar gebundener Kationen wird potentielle Austauschkapazität (AK_t) genannt. Die Austauschkapazität beim jeweiligen pH des Bodens wird dagegen als effektive Austauschkapazität (AK_e) bezeichnet. Sie liegt insbesondere in sauren Böden deutlich unter der AK_t.

Boden	effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e)	BZE
Norm: ---	**HBU: 11.8a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Austauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuß an NH_4^+-Ionen (1 M NH_4Cl-Lösung) perkoliert. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

K Na Ca Mg Mn [Boden] Al Fe NH_4 H	+ 15 $NH_4^+ \rightarrow$	NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 [Boden] NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4	+ Na^+ + K^++ Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^++ Mg^{2+}

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge wird als effektive Austauschkapazität bezeichnet.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!
Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäule mit Hahn
Filterwatte
100 ml Meßkolben mit Stopfen
oder:
Perkolationsanlage (siehe Anmerkung 2)

Anmerkungen:
1. Alle verwendeten Glasgeräte müssen aus Duran-Glas hergestellt sein!
2. Die Beschreibung einer automatischen Perkolationsanlage findet sich bei König, N. u. Fortmann, H. (1996a). Sie ist im Anhang 1 wiedergegeben.

4. Chemikalien:

Ammoniumchlorid: NH_4Cl p.a.

5. Lösungen:

1 M NH_4Cl-Lösung: 1.069,8 g NH_4Cl p.a. werden in eine 20 l-Vorratsflasche gegeben und auf 20 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der NH_4Cl-Perkolate der Bodenproben:

2,5 g einer gesiebten und gut gemischten Bodenprobe (nicht mit Quarzsand vermischen!) werden mind. 10 Std., (ggf. über Nacht) mit 5-8 ml 1 M NH_4Cl-Lösung in der später verwendeten Perkolationssäule eingeweicht. Um eine vollständige Benetzung des Bodens sicherzustellen, müssen ggf. Boden und NH_4Cl-Lösung mit einem Glasstab verrührt werden.
Am nächsten Tag wird der Boden mit 100 ml (abzügl. der zum Einweichen verwendeten Lösungsmenge) 1 M NH_4Cl-Lösung perkoliert. Durch Regelung der Tropfgeschwindigkeit mittels Hahn oder Pumpe muss eine Perkolationsdauer von möglichst 5 Stunden, mindestens jedoch 4 Stunden sichergestellt werden. Die Perkolationslösung wird in einem 100 ml Meßkolben aufgefangen, der nach der Perkolation mit 1 M NH_4Cl-Lösung bis zur Eichmarke aufgefüllt wird.

Anmerkungen:
1. Die in der Perkolationsapparatur verwendeten Materialien (Gefäße, Filter, Glaswolle, Schläuche, etc.) müssen vor der Benutzung mit einer NH_4Cl-Lösung gespült werden.
2. Gelangen Bodenpartikel in den Auffangkolben, weil die Filterwatte oder der Glasfaser-Filter zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muß die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
3. Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaser-Filter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muß bei solchen Bodenproben das im Auffangkolben aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
4. Die Perkolation der Bodenproben sollte ca. 5 Stunden dauern, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach zwei Stunden mehr als 50 ml durchgelaufen sind, sollte die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit herabgesetzt werden.
5. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 5 Stunden noch mehr als 10 ml NH_4Cl nicht durch die Bodensäule perkoliert, so wird die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit heraufgesetzt, um das restliche NH_4Cl beschleunigt durch die Bodensäule zu perkolieren. Proben, die nach

6. 6 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O demin) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

b) Bestimmung der Elemente in der Perkolationslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt.
Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Perkolation als auch im Perkolat so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Es ist zu beachten, dass die 1 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c. Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für die Protonenäquivalente ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996b).
Im Anhang 2 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH-Werte.

c.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:
AK_e [µmol$_c$/g] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) $BaCl_2$-Methode UNEP-UN/ECE Method 9106SA, Methode A3.2.1.3: Vergleichbarkeit siehe Anhang 2 Methode A3.2.1.3 und König u. Bartens (1995)

b) $BaCl_2$-Methode DIN ISO 11260, Methode A3.2.1.4: Die Methode liefern keine direkt vergleichbaren Ergebnisse.
c) $SrCl_2$-Methode nach Bach, Methode A 2.2.1.6: siehe Anhang 1 Methode 2.3.1.6 und Sänger-von Oepen et al. (1993)
d) NH4Cl-Extraktion, Methode A3.2.1.7: siehe Anhang 1 Methode 2.3.1.7 und Lüer u. Böhmer (2000)

9. Literatur:

1. König, u. Bartens (1995): Untersuchung zur Vergleichbarkeit der Ake-Bestimmungen mittels $BaCl_2$-Extraktion (EG-Methode) und NH_4Cl-Perkolation (deutsche Methode); Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 44
2. König u. Fortmann (1996a): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 3: Gerätekurzanleitungen und Gerätekurzanleitungen Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 48, Geräteanleitung AKE1.2
3. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
4. Lüer u. Böhmer (2000): Vergleich zwischen Perkolation und Extraktion mit 1 M NH_4Cl-Lösung zur Bestimmung der effektiven Kationenaustauschkapazität von Böden, J. Plant Nutr. Soil Sci. 163, Seite 555 ff.
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 11ff
6. Sänger-von Oepen et al. (1993): Vorstellung der $SrCl_2$-Methode nach Bach zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität und Vergleich mit der NH_4Cl-methode; Z. Pflanzenern. Bodenk., 156, S. 311 ff
7. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 93 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart
8. Trüby u. Aldinger (1989): Z. Pflanzenern. Bodenk. 152, S. 301 ff
9. Ulrich (1966): Z. Pflanzenern. Bodenk. 113, Seite 141 ff

ANHANG 1

Beschreibung einer halbautomatischen Perkolationsanlage zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität (AK_e)
(aus: König u. Fortmann (1996a))

1. Grundlagen

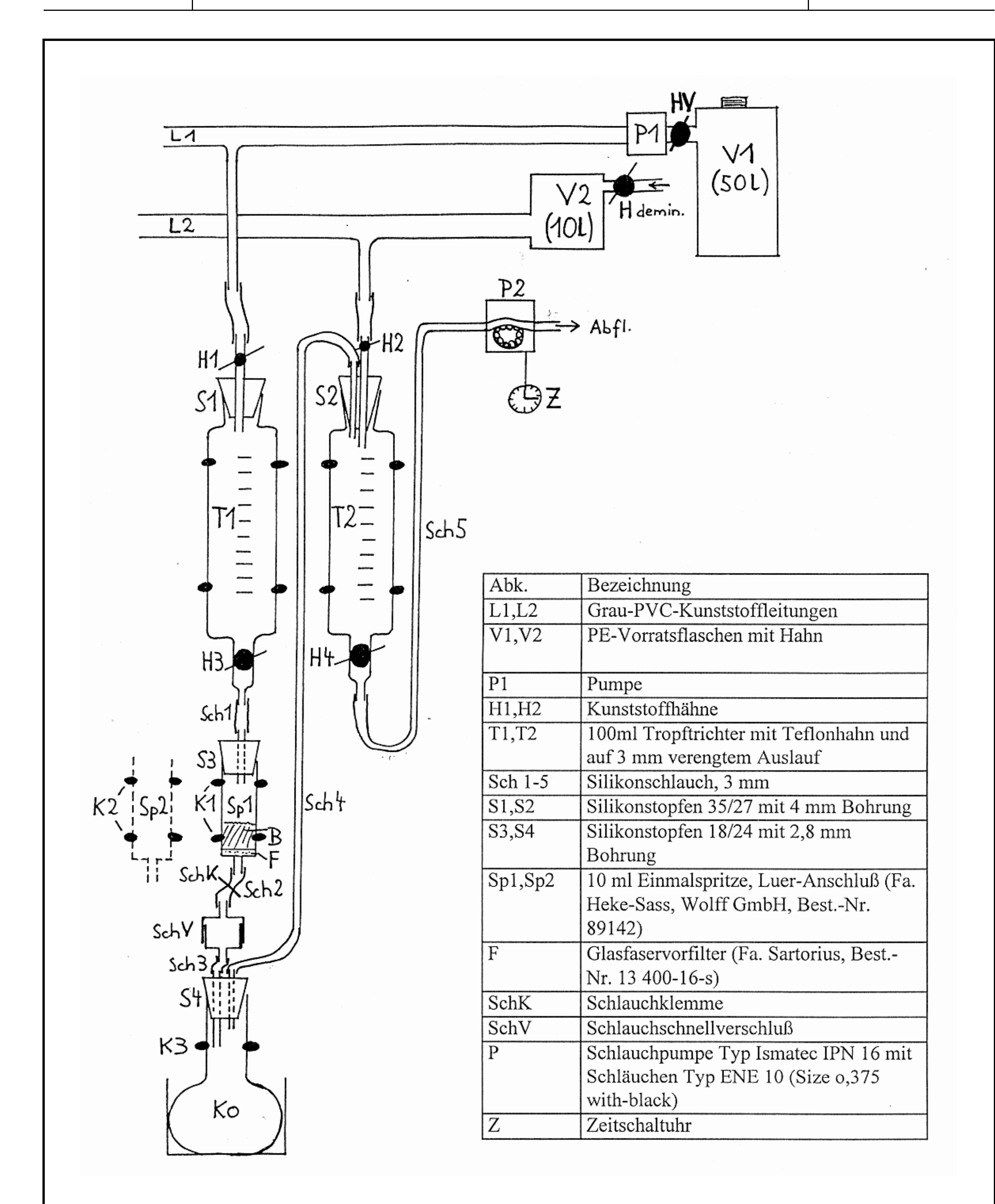
Das zur Bestimmung der AK_e nötige NH_4Cl-Perkolat des Bodens wird mit Hilfe der AK_e-Anlage gewonnen, an der 45 Bodenperkolationen parallel durchgeführt werden können. Es sind Tag- und Nacht-Läufe möglich. Der Aufbau der Anlage ist in Abbildung 1 dargestellt; die dort verwendeten Anlagenteil-Bezeichnungen werden in der folgenden Methodenbeschreibung jeweils in Klammern angegeben.

2. Vorbereitung der Anlage

- Im Vorratsgefäß (V1) werden für 1 Serie mit 120 Proben 20 l 1 M NH_4Cl-Lösung angesetzt. Werden 2 Serien nacheinander perkoliert, so kann für beide die NH_4Cl-Lösung auf einmal angesetzt werden.
- Mit der frischen NH_4Cl-Lösung wird 1 Paket Glasfaservorfilter ca. 1 Std. eingeweicht und die Filter anschließend 3-4-mal mit NH_4Cl-lösung gespült.
- Zu Beginn einer Serie wird die AKe-Anlage mit der frischen NH_4Cl-Lösung wie folgt gespült:
- Hähne (H1) an den Tropftrichtern schließen, Hahn (HV) am Vorratsgefäß (V1) öffnen, Pumpe (P1) anschalten, ca. 1-2 l NH_4Cl-Lösung durch das Rohr spülen, alle Tropftrichter (T1) durch Öffnen der Hähne H1 und H3 mit ca. 30 ml NH_4Cl-Lösung spülen
- Anschließend wird die Anlage mit NH_4Cl-Lösung und H_2O wie folgt gefüllt:
- alle Hähne H1 bis H4 an den Tropftrichtern (T1 und T2) müssen zunächst geschlossen sein; durch Öffnen und Schließen der Hähne H1 werden die NH_4Cl-Tropftrichter auf 90 ml gefüllt; die H_2O-Tropftrichter werden durch Öffnen und Schließen der Hähne H2 bis zum Stopfen gefüllt (das Wasser läuft über eine Füllstandsanzeige am Hahn H_{demin} automatisch in das Vorratsgefäß (V2) nach); anschließend wird die Pumpe P1 ausgestellt.
- Die 100 ml Auffangkolben (Ko) werden in die vorgesehenen Halterungen gestellt und mit der Halteklammer (K3) befestigt. Dann werden die Stopfen (S4) durch leichtes Eindrehen so aufgesetzt, dass sie luftdicht schließen.

3. Einweichen der Proben mit NH_4Cl

- Ein mit 1M NH_4Cl gespülter Glasfaservorfilter (F) wird mit einer Pinzette in eine 10 ml Kunststoffspritze (Sp1) gelegt (an der bereits der Schlauch (Sch2) mit dem Schlauchwerbinder-Oberteil (SchV) aufgesteckt ist) und mit einem Kunststoffrohr nach unten geschoben.



Abk.	Bezeichnung
L1,L2	Grau-PVC-Kunststoffleitungen
V1,V2	PE-Vorratsflaschen mit Hahn
P1	Pumpe
H1,H2	Kunststoffhähne
T1,T2	100ml Tropftrichter mit Teflonhahn und auf 3 mm verengtem Auslauf
Sch 1-5	Silikonschlauch, 3 mm
S1,S2	Silikonstopfen 35/27 mit 4 mm Bohrung
S3,S4	Silikonstopfen 18/24 mit 2,8 mm Bohrung
Sp1,Sp2	10 ml Einmalspritze, Luer-Anschluß (Fa. Heke-Sass, Wolff GmbH, Best.-Nr. 89142)
F	Glasfaservorfilter (Fa. Sartorius, Best.-Nr. 13 400-16-s)
SchK	Schlauchklemme
SchV	Schlauchschnellverschluß
P	Schlauchpumpe Typ Ismatec IPN 16 mit Schläuchen Typ ENE 10 (Size o,375 with-black)
Z	Zeitschaltuhr

- 2,5 g der getrockneten und gesiebten Bodenprobe werden auf einem Wägeschiffchen abgewogen und anschließend in die Spritze (Sp1) mit dem Filter eingefüllt.
- Die gefüllte Spritze wird in den dafür vorgesehenen Ständer geklemmt, der bis zu 45 Probenspritzen aufnehmen kann.
- Auf diese Weise werden pro Lauf 45 Proben eingewogen. Eine davon muss jeweils der AK_e-Bodenstandard sein.

- Mit dem Spritzenständer geht man zur AK_e-Anlage und hängt die Spritzen der Reihe nach in die Halteklammern (K1) der Anlage (bei Nachtläufen werden die Halteklammern (K2) verwendet!). Dann werden die Schlauch-schnellverbindungen (SchV) an den Auffangkolben (Ko) angeschlossen und die Schläuche (Sch2) mit Schlauchklemmen (SchK) abgeklemmt.
- Auf jede Probe in den Spritzen werden ca. 3 ml NH_4Cl-Lösung mit einer Spritzflasche gegeben und dabei gegebenenfalls an der Spritzenwand hängendes Bodenmaterial nach unten gespült.
- Mit einem kleinen Spatel werden Boden und NH_4Cl-Lösung vorsichtig solange verrührt, bis sich keine Luftblasen mehr in dem Bodenbrei befinden. (Vorsicht! Filter beim Rühren nicht beschädigen. Es darf kein Boden am Filter vorbeigerührt werden!) Anschließend wird der am Spatel hängende Boden mit NH_4Cl in die Spritze gespült und die Spritze bis 8 ml aufgefüllt.
- Proben, bei denen viel organisches Material obenauf schwimmt, sollten von oben mit einem 2. Filter (F) etwas nach unten gedrückt werden, damit die Probe vollständig in NH_4Cl-Lösung eingeweicht wird.
- Sind alle Proben mit NH_4Cl-Lösung versetzt, werden die Stopfen (S1) mit leichten Drehbewegungen auf die Spritze (Sp1) gesetzt, so daß luftdichter Verschluß gewährleistet ist.
- Für einen Tag-Lauf läßt man die Proben über Nacht einweichen, bei einem Nacht-Lauf von mittags bis 1 Uhr nachts (danach Starten mit Zeitschaltuhr, siehe 7), wobei die Spritzen in den Halterungen (K2) hängen.

4. Starten eines Perkolationslaufes (Tag-Lauf)

- Zunächst werden alle Schlauchklammern (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit NH_4Cl-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)

5. Notwendige Prüfungen während eines Perkolationslaufes

- Während eines Perkolationslaufes muß mehrmals jeder einzelne Kanal auf die Dichtigkeit aller Stopfen- und Schlauchverbindungen überprüft werden. Tritt an irgendeiner Stelle NH_4Cl-Lösung aus oder wird Luft eingesaugt, so muss bei diesem Kanal die Perkolation abgebrochen und am nächsten Tag mit frischem Boden wiederholt werden. Die NH_4Cl-Zufuhr ist durch Schließen des Hahns (H3) zu stoppen.
- Gelangen Bodenpartikel in den Kolben (Ko), weil der Filter (F) zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muss ebenfalls die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
- Bei Perkolationsabbruch einzelner Kanäle müssen die Schlauchandruckhalterungen der jeweiligen Kanäle gelöst werden. Dies ist auch während einer Perkolation bei laufender Pumpe möglich.

- Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaservorfilter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muss bei solchen Bodenproben das im Kolben (Ko) aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
- Die Perkolation der Bodenproben dauert etwa 5 Stunden, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach zwei Stunden mehr als 50 ml durchgelaufen sind, sollte die Pumpgeschwindigkeit auf 25 herabgesetzt werden oder durch leichtes Zudrehen des Hahns H3 die Perkolationsgeschwindigkeit gebremst werden. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 5 Stunden noch mehr als 10 ml NH_4Cl im Tropftrichter (T1), so wird die Pumpgeschwindigkeit auf 50 heraufgesetzt, um das restliche NH_4Cl beschleunigt durch die Bodensäule zu ziehen. Proben, die nach 6 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O demin) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

6. Arbeitsschritte nach Beendigung eines Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist beendet, wenn die gesamte NH_4Cl-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.
- Die Pumpen werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverschlüsse (Sch) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Messkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit NH_4Cl-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)
- Die Spritzen (Sp1) mit dem Bodenmaterial incl. Schlauch (Sch2) und Schnellverschluss (SchV) werden aus den Halteklammern (K1) herausgenommen, Boden und Filter über einem Sieb herausgeklopft, die Spritzen gründlich 3-4-mal mit H_2O demin. gespült und getrocknet.
- Die Schläuche (Sch3) und das im Stopfen (S4) befindliche Glasrohr werden mit Hilfe einer Spritzflasche mit H_2O demin gespült (Becherglas unterhalten!).
- Wird die Anlage am nächsten Tag nicht betrieben, so müssen auch die Tropftrichter (T1), die Schläuche (Sch1) und die Glasröhrchen in den Stopfen (S3) mit H_2O demin. gespült werden.

7. Start eines Nachtlaufes

- Die Anlage wird mit NH_4Cl-Lösung und H_2O gefüllt (siehe 2.), die Kolben (Ko) in die Halterungen (K3) geklemmt und die Spritzen (Sp2) mit einweichendem Boden in den Halterungen K2 an Kolben (Ko) und Trichter (T1) mittels Stopfen (S3) beziehungsweise Schnellverschluss (SchV) angeschlossen. Die Hähne für NH_4Cl-Lösung (H3) und H_2O (H4) werden geöffnet und die Schlauchklemmen (SchK) entfernt.

- Die Steckerleiste für die Schlauchpumpen (P2) wird in die Zeitschaltuhr (Z) gesteckt und die Laufzeit auf 1 Uhr nachts bis 7 Uhr morgens eingestellt. Anschließend werden die Pumpen angestellt, damit sie um 1 Uhr nachts starten können.
- Alle Verbindungen der Anlage werden auf Dichtigkeit geprüft.
- Proben, die ohne Pumpenbetrieb schon schnell durchlaufen, müssen in der Regel am nächsten Tag wiederholt werden. Proben, die morgens nicht durchgelaufen sind, werden ebenfalls (nach Mischen mit Quarzsand) wiederholt.

8. Spülen/Stilllegen der Anlage

- Zum Wochenende oder bei längeren Betriebspausen der Anlage sollte die Anlage gründlich mit H_2O demin. gespült werden. Dazu wird das Vorratsgefäß V1 vom Anschlußschlauch abgeschraubt und der Schlauch in ein 5 l-Gefäß mit H_2O demin gesteckt. Dann wird die Pumpe P1 eingeschaltet und die Leitung (L1) mit 2-3 l H_2O demin gespült. Anschließend werden alle Trichter (T1) mit H_2O demin. gefüllt und das Spülwasser über die Verbindung Spritze/Kolben (SchV, Sch3, S4) abgelassen. Danach wird alles nochmals mit H_2O demin. aus einer Spritzflasche durchgespült.
- Zum Trocknen werden die Stopfen (S1) von den Tropftrichtern (T1) abgenommen.
- Die graue PVC-Rückwand und die Kolbenhalteleiste werden gründlich abgewischt und so NH_4Cl-Spritzer entfernt.

ANHANG 2

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte
(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor
			4,6	18,8		4,1	57,2		3,6	179		3,1	563		2,6	1774
			4,59	19,2		4,09	58,5		3,59	1 83		3,09	576		2,59	1816
			4,58	19,6		4,08	59,9		3,58	187		3,08	590		2,58	1858
			4,57	20,1		4,07	61,3		3,57	192		3,07	604		2,57	1900
			4,56	20,5		4,06	62,7		3,56	196		3,06	618		2,56	1943
			4,55	21		4,05	64,1		3,55	201		3,05	632		2,55	1993
			4,54	21,4		4,04	65,6		3,54	205		3,04	647		2,54	2035
			4,53	21,9		4,03	67,1		3,53	210		3,03	662		2,53	2084
			4,52	22,4		4,02	68,6		3,52	215		3,02	677		2,52	2134
			4,51	22,9		4,01	70,2		3,51	220		3,01	693		2,51	2183
			4,50	23,4		4	71,8		3,5	225		3	709		2,5	2233
			4,49	23,9		3,99	73,5		3,49	230		2,99	721		2,49	2289
			4,48	24,4		3,98	75,1		3,48	235		2,98	743		2,48	2341
			4,47	25		3,97	76,9		3,47	241		2,97	757		2,47	2401
			4,46	25,5		3,96	78,6		3,46	246		2,96	778		2,46	2451
			4,45	26,1		3,95	80,4		3,45	252		2,95	792		2,45	2511
			4,44	26,7		3,94	82,3		3,44	258		2,94	813		2,44	2571
			4,43	27,3		3,93	84,2		3,43	264		2,93	827		2,43	2631
			4,42	27,9		3,92	86,2		3,42	270		2,92	848		2,42	2691
			4,41	28,5		3,91	88,1		3,41	276		2,91	870		2,41	2751
			4,4	29,2		3,9	90,1		3,4	283		2,9	891		2,4	2821
			4,39	29,8		3,89	92,2		3,39	289		2,89	912		2,39	2881
			4,38	30,5		3,88	94,3		3,38	296		2,88	933		2,38	2961
			4,37	31,2		3,87	96,5		3,37	303		2,87	954		2,37	3021
			4,36	31,9		3,86	98,7		3,36	310		2,86	976		2,36	3091
			4,35	32,6		3,85	101		3,35	317		2,85	997		2,35	3161
			4,34	33,4		3,84	103		3,34	325		2,84	1024		2,34	3241
			4,33	34,1		3,83	106		3,33	332		2,83	1046		2,33	3311
			4,32	34,9		3,82	108		3,32	340		2,82	1067		2,32	3391
			4,31	35,7		3,81	111		3,31	348		2,81	1095		2,31	3471
			4 3	36,5		3,8	113		3,3	356		2,8	1117		2,30	3551
4,8	12,2		4,29	37,3		3,79	116		3,29	364		2,79	1145		2,29	3631
4,79			4,28	38,2		3,78	118		3,28	373		2,78	1173		2,28	3721
4,78			4,27	39		3,77	121		3,27	381		2,77	1202		2,27	3801
4,77	13		4,26	39,9		3,76	124		3,26	390		2,76	1230		2,26	3891
4,76	13,3		4,25	40,8		3,75	127		3,25	399		2,75	1258		2,25	3981
4,75	13,6		4,24	41,7		3,74	130		3,24	408		2,74	1286		2,24	4071
4,74	13,9		4,23	42,7		3,73	133		3,23	418		2,73	1315		2,23	4171
4,73	14,2		4,22	43,9		3,72	136		3,22	430		2,72	1350		2,22	4271
4,72	14,5		4,21	44,7		3,71	139		3,21	438		2,71	1378		2,21	4371
4,71	14,8		4,20	45,1		3,70	142		3,20	448		2,70	1413		2,20	4471
4,7	15,1		4,19	46,7		3,69	146		3,19	458		2,69	1442		2,19	4571
4,69	15,5		4,18	47,3		3,68	149		3,18	469		2,68	1477		2,18	4681
4,68	15,8		4,17	48,9		3,67	152		3,17	480		2,67	1512		2,17	4791
4,67	16,1		4,16	50		3,66	156		3,16	491		2,66	1548		2,16	4901
4,66	16,5		4,15	51,1		3,65	159		3,15	502		2,65	1583		2,15	5001
4,65	16,8		4,14	52,3		3,64	163		3,14	514		2,64	1618		2,14	5131
4,64	17,2		4,13	53,5		3,63	167		3,13	526		2,63	1654		2,13	5251
4,63	17,6		4,12	54,7		3,62	170		3,12	538		2,62	1695		2,12	5371
4,62	18		4,11	56		3,61	175		3,11	551		2,61	1731		2,11	5501
4,61	18,4		4,10	57,2		3,60	179		3,10	563		2,60	1774		2,10	5621

Boden	potentielle (totale) Kationenaustausch-Kapazität (AK_t)	BZE

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 13536	HBU: 11.8b; in Anlehnung an HBU 3.7.2.2a

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AK_t erfolgt durch Austausch der Kationen mit Bariumchlorid-Lösung, die unter Verwendung von Triethanolamin bei einem pH-Wert von 8,1 gepuffert ist. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuss an Ba-Ionen perkoliert.

2 [Boden: K Na Ca / Mg NH_4] + 7 Ba^{2+} → [Boden: Ba Ba Ba Ba / Ba Ba Ba] + 2 [Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^+]

Anschließend wird die Bodensäule mit Wasser $BaCl_2$-frei gespült und danach die eingetauschten Ba-Ionen mit einer Magnesiumchlorid-Lösung zurückgetauscht.

[Boden: Ba Ba Ba Ba / Ba Ba Ba] + 7 Mg^{2+} → [Boden: Mg Mg Mg Mg / Mg Mg Mg] + 7 Ba^{2+}

Die Kationenkonzentrationen im 1. Perkolat werden ebenso gemessen wie die Ba-Konzentration im 2. Perkolat. Die Summe der Ba-Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die potentielle Austauschkapazität. Aus den Kationen-Ionenäquivalenten kann der Anteil der jeweiligen Kationen an der Gesamtaustauschkapazität ermittelt werden. Die Summe der Na-, K-, Mg- und Ca-Äquivalente sollte mit der der Ba-Äquivalente auf +/- 10 % übereinstimmen. Dies ist nicht der Fall bei carbonathaltigen Böden (mehr Ca durch Carbonat-Auflösung, => Summe Na, K, Mg, Ca > Ba) und bei sauren Böden, an denen selten die AK_t bestimmt wird (Austausch von Al^{3+} und H^+, Ausfällung von Al-Hydroxiden, => Summe Na, K, Mg, Ca < Ba). Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode zwar erfaßt werden, wird jedoch in der Regel nicht bestimmt. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können. Bei salzhaltigen und Gipsböden werden die Na- und Ca- Anteile an der AK_t überschätzt.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäule mit Hahn
Filterwatte
100 ml Meßkolben mit Stopfen
oder:

Perkolationsanlage (siehe Anmerkung 2)

Anmerkungen:

1. alle verwendeten Glasgeräte müssen aus Duran-Glas hergestellt sein!
2. Die Beschreibung einer automatischen Perkolationsanlage findet sich bei König, N. u. Fortmann, H. (1996a). Sie ist im Anhang 1 wiedergegeben.

4. Chemikalien:

Bariumchlorid ($BaCl_2$*$2H_2O$) p.a.

Magnesiumchlorid ($MgCl_2$*$6H_2O$) p.a.

Salzsäure (HCl) 0,1 N (Titrisol)

Triethanolamin ($C_6H_{15}NO_3$)

5. Lösungen:

a) konzentrierte Lösungen:

Lösung A (Triethanolamin):	90 ml Triethanolamin werden in einem 2 l-Kolben mit 1 l H_2O_{demin} versetzt und mit 1 N HCl auf pH 8,1 titriert (erforderlich sind ca. 300 ml 1 N HCl). Danach wird mit H_2O_{demin} auf 2 l aufgefüllt.
Lösung B ($BaCl_2$ 5 %):	100 g $BaCl_2$*$2H_2O$ werden in 2 l H_2O_{demin} gelöst.

b) Reagenzlösungen:

BaTri-Lösung:	Lösung A und Lösung B werden im Verhältnis 1:1 gemischt (10 l ansetzen)
$BaCl_2$-Lösung (0,1 M):	24,42 g $BaCl_2$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst (10 l ansetzen)
$MgCl_2$-Lösung (0,1 M):	20,33 g $MgCl_2$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst (20 l ansetzen)

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt in Anlehnung an DIN ISO 13536; jedoch wird hier der Boden nicht 3-fach ausgeschüttelt, sondern perkoliert. Der Rücktausch erfolgt nicht mit Magnesiumsulfat, sondern mit Magnesiumchlorid.

a) Gewinnung des BaTri-Perkolates

2,5 g der gesiebten und gut gemischten Bodenprobe werden über Nacht mit einigen ml $BaCl_2$-Triäthanolamin-Lösung (BaTri-Lösung) in der später verwendeten Perkolationssäule eingeweicht. Am nächsten Tag wird der Boden zunächst mit 50 ml (abzügl. der zum Einweichen verwendeten Lösungsmenge) BaTri-Lösung und anschließend in das gleiche Auffanggefäß mit 50 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung (ungepuffert) perkoliert. Durch Regelung der Tropfgeschwindigkeit mittels Hahn oder Pumpe muss eine Gesamtperkolationsdauer von möglichst 5 Stunden, mindestens jedoch 4 Std. sichergestellt werden.

Anmerkungen:

1. Die in der Perkolationsapparatur verwendeten Materialien (Gefäße, Filter, Glaswolle, Schläuche, etc.) müssen vor der Benutzung mit einer $BaCl_2$-Lösung gespült werden. Am besten sind Kunststoff-Geräte geeignet, da selbst bei Duranglas-Geräten mit hohen Na-Blindwerten gerechnet werden muss.
2. Gelangen Bodenpartikel in den Auffangkolben, weil die Filterwatte oder der Glasfaser-Filter zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muß die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
3. Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaser-Filter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muß bei solchen Bodenproben das im Auffangkolben aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
4. Die beiden Perkolationen der Bodenproben sollten zusammen ca. 5 Stunden dauern, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach einer Stunde mehr als 25 ml durchgelaufen sind, sollte die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit herabgesetzt werden.
5. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Proben, bei denen die erste Perkolation (25 ml) nach 3 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen ist, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O_{demin}) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

b) Gewinnung des $MgCl_2$-Perkolats:

Zunächst muss das überschüssige $BaCl_2$ mit 50 ml H_2O_{demin} aus der Bodensäule gewaschen werden. Dies sollte in einer möglichst schnellen Perkolation geschehen. Die Waschlösung wird verworfen.
Die sorbierten Ba-Ionen werden anschließend mit 100 ml 0,1 M $MgCl_2$-Lösung zurückgetauscht. Auch hier muss die Perkolationsdauer mindestens 4 Std. betragen.

Anmerkungen:

1. Bei gipshaltigen Böden wird der Rücktausch erschwert und die Bestimmung der AK_t unmöglich.
2. Bei stark tonhaltigen Proben kann es vorkommen, dass die erste Perkolation mit BaTri-Lösung noch einigermaßen durchläuft, die 2. mit $MgCl_2$-Lösung jedoch nicht mehr. Auch in diesem Fall müssen die Perkolationen nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O_{demin}) im Verhältnis 1:1 wiederholt werden.

c) Bestimmung der Elemente in den Perkolationslösungen

In der Ba-Tri-Perkolationslösung werden die Elemente Ca, K, Mg und Na bestimmt.
In der $MgCl_2$-Perkolationslösung wird der Ba-Gehalt bestimmt.
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Ba	**4.1.5**
Ca	**11.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Na	**39.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Mg- und Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche Mg- bzw. $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

d) Berechnung der potentiellen Austauschkapazität

d.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+ = 22,99 Ca^{2+} = 20,04 K^+ = 39,10 Mg^{2+} = 12,16
Ba^{2+} = 68,67

Anmerkungen:

1. Liegt die Kationensumme mehr als 10 % höher als die AK_t, so muß davon ausgegangen werden, dass sich $CaCO_3$ aufgelöst hat. In diesem Fall wird bei niedrigen Na-Werten die Differenz zwischen AK_t und Kationensummenwert vom Ca-Wert abgezogen.

d.2.) Berechnung der AK_t und der Basensättigung:

Die AK_t (in $µmol_c$/g Boden) wird aus der gemessenen Ba-Konzentration im 2. Perkolat mit Hilfe der Gleichung in d.1. errechnet:

$$AK_t\ [µmol_c/g] = IE_{Ba}$$

Die Summe der Einzelkationen sollte mit der AK_t +/- 10 % übereinstimmen:

AK_t [µmol$_c$/g] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg}$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKt:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKt} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden

a) DIN ISO 13536: Es liegen keine Informationen über die Vergleichbarkeit der Methode vor.

9. Literatur:

3. DIN ISO 13536 (Ausgabe 1997-04): Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der potentiellen Kationenaustauschkapazität und der austauschbaren Kationen unter Verwendung einer bei pH = 8,1 gepufferten Bariumchloridlösung (ISO 13536:1995)
4. König u. Fortmann (1996a): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 3: Gerätekurzanleitungen und Gerätekurzanleitungen Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 48, Geräteanleitung AKE2.1
5. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKT2.1
6. Mehlich, A. (1953): Rapid determination of cation an anion change properties and pHe of soils, J. Assoc. off. Agric. Chem. 36, S. 445ff.
7. Meiwes, K.J. et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 17ff
8. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 93 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart

ANHANG 1

Beschreibung einer halbautomatischen Perkolationsanlage zur Bestimmung der potentiellen Austauschkapazität (AK_t)
(aus: König u. Fortmann (1996a))

1. Grundlagen

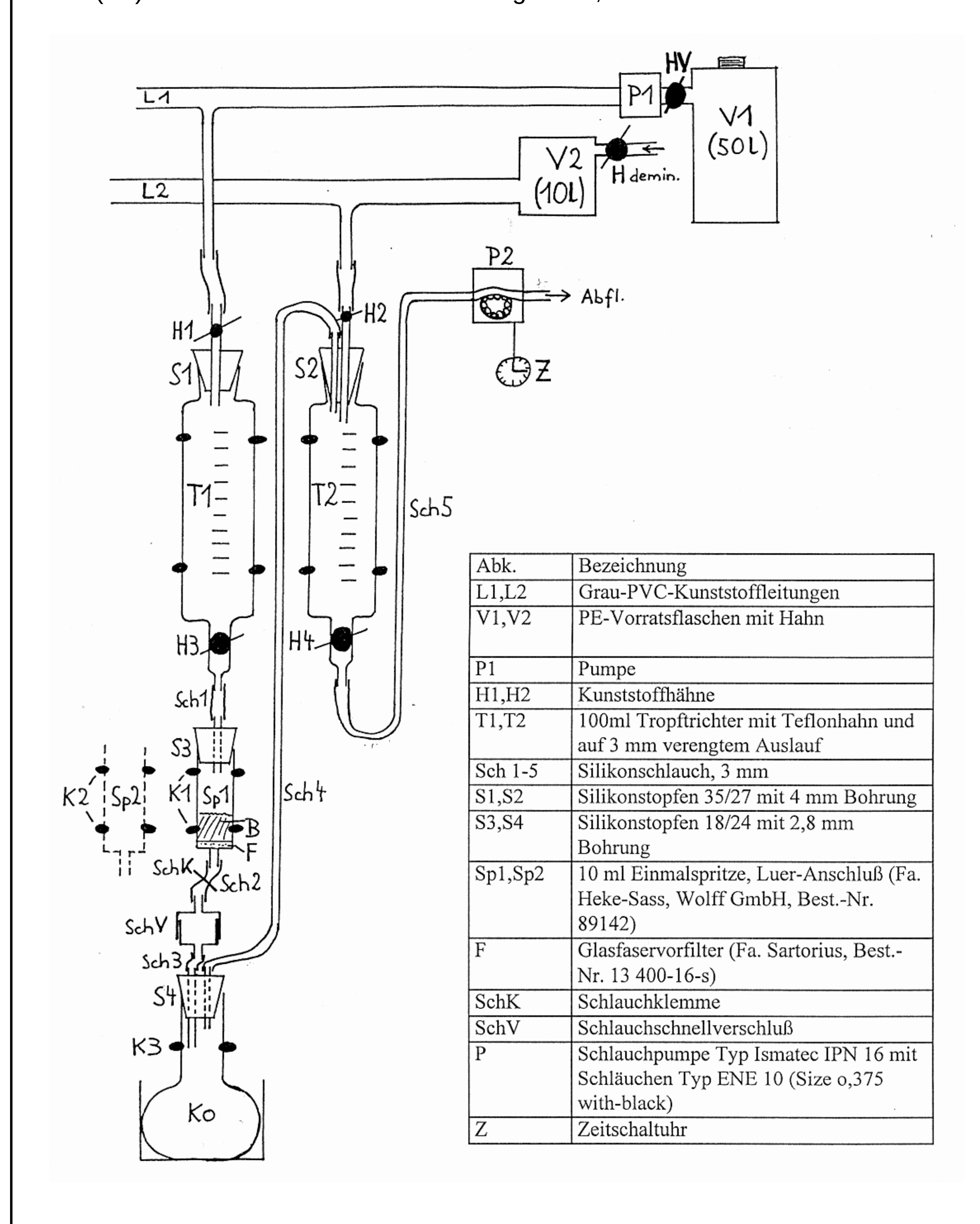
Die zur Bestimmung der AK_t nötigen Perkolate des Bodens werden mit Hilfe der AK_e-Anlage gewonnen, an der 45 Bodenperkolationen parallel durchgeführt werden können. Der Aufbau der Anlage ist in Abbildung 1, Seite 3 dargestellt; die dort verwendeten Anlagenteil-Bezeichnungen werden in der folgenden Methodenbeschreibung jeweils in Klammern angegeben. Im Gegensatz zur AK_e-Bestimmung wird bei der AK_t-Bestimmung zunächst eine zweigeteilte Perkolation mit Barium-Triäthanolamin (BaTri) und dann mit Bariumchlorid ($BaCl_2$), anschließend ein Waschschritt mit H_2O demin. und dann eine Rücktausch-Perkolation mit Magnesiumchlorid ($MgCl_2$) durchgeführt.

2. Vorbereitung der Anlage

- Im Vorratsgefäß (V1) werden für 1 Serie mit 120 Proben 10 l BaTri-Lösung und 10 l $BaCl_2$-Lösung in einer 25 l Vorratsflasche (siehe Untersuchungsmethode AKT1.1) angesetzt. Werden 2 Serien nacheinander perkoliert, so können für beide die Lösungen auf einmal angesetzt werden. Bei kleinen Serien ist es einfacher, auch die BaTri-Lösung in einer 25 l Vorratsflasche und nicht im Vorratsgefäß V1 anzusetzen und später die Tropftrichter von Hand zu befüllen.
- Mit der frischen $BaCl_2$-Lösung wird 1 Paket Glasfaservorfilter ca. 1 Std. eingeweicht und die Filter anschließend 3-4-mal mit $BaCl_2$-Lösung gespült.
- Zu Beginn einer Serie wird die AK_e-Anlage mit der frischen BaTri-Lösung wie folgt gespült:
  Hähne (H1) an den Tropftrichtern schließen, Hahn (HV) am Vorratsgefäß (V1) öffnen, Pumpe (P1) anschalten, ca. 2 l BaTri-Lösung durch das Rohr spülen, alle Tropftrichter (T1) durch Öffnen der Hähne H1 und H3 mit ca. 30 ml BaTri-Lösung spülen. (Bei kleinen Serien entfällt das Spülen des Rohres, da die Tropftrichter von Hand gefüllt werden.)
- Anschließend wird die Anlage mit BaTri-Lösung und H_2O wie folgt gefüllt:
  alle Hähne H1 bis H4 an den Tropftrichtern (T1 und T2) müssen zunächst geschlossen sein; durch Öffnen und Schließen der Hähne H1 werden die BaTri-Tropftrichter (T1) auf 45 ml gefüllt; die H_2O-Tropftrichter (T2) werden durch Öffnen und Schließen der Hähne H2 bis zum Stopfen gefüllt (das Wasser läuft über eine Füllstandsanzeige am Hahn H_{demin} automatisch in das Vorratsgefäß (V2) nach); anschließend wird die Pumpe P1 ausgestellt. Bei kleinen Serien werden die BaTri-Tropftrichter mit einer mit BaTri-Lösung

gefüllten Spritzflasche auf 45 ml gefüllt; die Stopfen (S1) brauchen in diesem Fall nicht aufgesetzt werden.

- Die 100 ml Auffangkolben (Ko) werden in die vorgesehenen Halterungen gestellt und mit der Halteklammer (K3) befestigt. Dann werden die Stopfen (S4) durch leichtes Eindrehen so aufgesetzt, daß sie luftdicht schließen.



Abk.	Bezeichnung
L1,L2	Grau-PVC-Kunststoffleitungen
V1,V2	PE-Vorratsflaschen mit Hahn
P1	Pumpe
H1,H2	Kunststoffhähne
T1,T2	100ml Tropftrichter mit Teflonhahn und auf 3 mm verengtem Auslauf
Sch 1-5	Silikonschlauch, 3 mm
S1,S2	Silikonstopfen 35/27 mit 4 mm Bohrung
S3,S4	Silikonstopfen 18/24 mit 2,8 mm Bohrung
Sp1,Sp2	10 ml Einmalspritze, Luer-Anschluß (Fa. Heke-Sass, Wolff GmbH, Best.-Nr. 89142)
F	Glasfaservorfilter (Fa. Sartorius, Best.-Nr. 13 400-16-s)
SchK	Schlauchklemme
SchV	Schlauchschnellverschluß
P	Schlauchpumpe Typ Ismatec IPN 16 mit Schläuchen Typ ENE 10 (Size o,375 with-black)
Z	Zeitschaltuhr

3. Einweichen der Proben mit BaTri

- Ein mit $BaCl_2$-Lösung gespülter Glasfaservorfilter (F) wird mit einer Pinzette in eine 10 ml Kunststoffspritze (Sp1) gelegt (an der bereits der Schlauch (Sch2) mit dem Schlauchverbinder-Oberteil (SchV) aufgesteckt ist) und mit einem Kunststoffrohr nach unten geschoben.
- 2,5 g der getrockneten und gesiebten Bodenprobe werden auf einem Wägeschiffchen abgewogen und anschließend in die Spritze (Sp1) mit dem Filter eingefüllt.
- Die gefüllte Spritze wird in den dafür vorgesehenen Ständer geklemmt, der bis zu 45 Probenspritzen aufnehmen kann.

- Auf diese Weise werden pro Lauf 45 Proben eingewogen. Eine davon muss jeweils der AK_t-Bodenstandard sein.
- Mit dem Spritzenständer geht man zur AKe-Anlage und hängt die Spritzen der Reihe nach in die Halteklammern (K1) der Anlage. Dann werden die Schlauchschnellverbindungen (SchV) an den Auffangkolben (Ko) angeschlossen und die Schläuche (Sch2) mit Schlauchklemmen (SchK) abgeklemmt.
- Auf jede Probe in den Spritzen werden ca. 3 ml BaTri-Lösung mit einer Spritzflasche gegeben und dabei gegebenenfalls an der Spritzenwand hängendes Bodenmaterial nach unten gespült.
- Mit einem kleinen Spatel werden Boden und BaTri-Lösung vorsichtig solange verrührt, bis sich keine Luftblasen mehr in dem Bodenbrei befinden. (Vorsicht! Filter beim Rühren nicht beschädigen. Es darf kein Boden am Filter vorbeigerührt werden!) Anschließend wird der am Spatel hängende Boden mit BaTri-Lösung in die Spritze gespült und die Spritze bis 8 ml aufgefüllt.
- Proben, bei denen viel organisches Material obenauf schwimmt, sollten von oben mit einem 2. Filter (F) etwas nach unten gedrückt werden, damit die Probe vollständig in BaTri-Lösung eingeweicht wird.
- Sind alle Proben mit BaTri-Lösung versetzt, werden die Stopfen (S1) mit leichten Drehbewegungen auf die Spritze (Sp1) gesetzt, so daß luftdichter Verschluss gewährleistet ist.
- Man läßt die Proben über Nacht einweichen.

4. Starten des 1. Perkolationslaufes (Phase 1: BaTri)

- Zunächst werden alle Schlauchklemmen (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit BaTri-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)

5. Notwendige Prüfungen während eines Perkolationslaufes

- Während eines Perkolationslaufes muß mehrmals jeder einzelne Kanal auf die Dichtigkeit aller Stopfen- und Schlauchverbindungen überprüft werden. Tritt an irgendeiner Stelle BaTri-Lösung aus oder wird Luft eingesaugt, so muss bei diesem Kanal die Perkolation abgebrochen und am nächsten Tag mit frischem Boden wiederholt werden. Die BaTri-Zufuhr ist durch Schließen des Hahns (H3) zu stoppen.
- Gelangen Bodenpartikel in den Kolben (Ko), weil der Filter (F) zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muss ebenfalls die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
- Bei Perkolationsabbruch einzelner Kanäle müssen die Schlauchandruckhalterungen der jeweiligen Kanäle gelöst werden. Dies ist auch während einer Perkolation bei laufender Pumpe möglich.
- Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaservorfilter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muss bei solchen Bodenproben das im Kolben (Ko) aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
- Die Perkolation der Bodenproben dauert etwa 2,5 Stunden, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach einer Stunde mehr als 30 ml durchgelaufen sind, sollte die Pumpgeschwindigkeit auf 25 herabgesetzt werden oder durch leichtes Zudrehen des Hahns H3 die Perkolationsgeschwindigkeit gebremst werden. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 3 Stunden noch mehr als 10 ml BaTri-Lösung im Tropftrichter (T1), so wird die Pumpgeschwindigkeit auf 50 heraufgesetzt, um die restliche BaTri-Lösung beschleunigt durch die Bodensäule zu ziehen. Proben, die nach 3,5 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (mit verd. HCl und anschließend H_2O demin gewaschen) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert (je 1,25 g Boden und Sand; bei sehr geringer AK_t je 2,5 g).

6. Arbeitsschritte nach Beendigung der Phase 1 (BaTri) des Perkolationslaufes und zum Start der Phase 2 ($BaCl_2$)

- Die Perkolation (Phase 1) eines jeden Kanals ist beendet, wenn die BaTri-Lösung bis an die Oberkante des Hahns (H3) aus dem Tropftrichter (T1) gelaufen, der Schlauch (Sch1) und das Röhrchen im Stopfen (S3) jedoch noch gefüllt ist. In diesem Moment wird für jeden Kanal der Hahn H3 kurz geschlossen.
- Mit einer Spritzflasche werden 45 ml $BaCl_2$-Lösung in den jeweiligen Tropftrichter eingefüllt und der Hahn H3 gleich wieder geöffnet, so daß die Perkolation fortgesetzt wird.

7. Arbeitsschritte nach Beendigung des Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist beendet, wenn die gesamte $BaCl_2$-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.

- Die Pumpen (P2) werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne (H3 und H4) geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Messkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit $BaCl_2$-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)

8. Vorbereitung des 2. Perkolationslaufes (Rücktausch)

- Die Tropftrichter (T1) mit Schlauch (Sch1) und Stopfen (S3) werden gründlich mit H_2O demin. gespült, indem ein Becherglas unter den Stopfen (S3) gehalten und bei geöffnetem Hahn (H3) mit einer Spritzflasche H_2O demin. durch Tropftrichter, Schlauch und Stopfen gespült werden.
- Nach Schließen der Hähne (H3) werden jeweils 25 ml H_2O demin. mit einer Spritzflasche in die Tropftrichter (T1) gefüllt, mit denen die Bodensäulen vor der Rücktausch-Perkolation $BaCl_2$-frei gewaschen werden.
- Es werden die entleerten Auffangkolben (Ko) in die Halterungen (K3) gestellt und die Stopfen (S4) auf die Kolben gesetzt.
- Mit einer Spritzflasche werden vorsichtig ca. 5 ml H_2O demin. so in die Spritze mit der Bodensäule gegeben, daß Boden- und $BaCl_2$-Lösungsreste nach unten gespült werden, ohne daß die Bodensäule aufgewirbelt wird.
- Die Pumpgeschwindigkeit der Schlauchpumpen (P2) wird auf 100 hochgesetzt und die Pumpen angestellt. (Muß aus Zeitgründen der Waschvorgang über Nacht laufen, so muss durch Einstellen der Zeitschaltuhr (Z) auf 2,5 Std. dafür gesorgt werden, daß die Pumpen nachts automatisch ausgestellt werden!)
- Die Stopfen (S3) werden auf die Spritzen gesetzt und die Hähne (H3) der Tropftrichter (T1) geöffnet.
- Der Bodensäulen-Waschvorgang ist beendet, wenn das Wasser aus den Tropftrichtern (T1) vollständig durch die Bodensäule perkoliert ist und die Säulen trockengelaufen sind.
- Dann werden die Hähne (H3 und H4) an den Tropftrichtern (T1 und T2) geschlossen, die Pumpen (P2) gestoppt und die Geschwindigkeit wieder auf 32 gestellt.
- Zum Herausnehmen der Kolben (Ko) mit dem Spülwasser werden die Stopfen (S3) auf den Spritzen, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) und die Stopfen (S4) auf dem Kolben gelöst und die Kolben herausgenommen. Der Kolbeninhalt wird verworfen.
- Dann werden neue Kolben (Ko) in die Halterung (K3) gesetzt, die Stopfen (S4) wieder aufgesetzt und die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geschlossen.
- Anschließend wird die Ak_e-Anlage für die Rücktausch-Perkolation mit 90 ml $MgCl_2$-Lösung (siehe Methodenbeschreibung AKT1.1) in den Tropftrichtern (T1) und H_2O demin in den Tropftrichtern (T2) befüllt (siehe 2.).
- Auf die Schläuche (Sch2) werden die Schlauchklemmen (SchK) gesetzt und vorsichtig die Spritzen (Sp1) mit den Bodensäulen mit $MgCl_2$-Lösung mittels

einer Spritzflasche auf 8 ml aufgefüllt. Anschließend werden die Stopfen (S3) auf die Spritzen gesetzt.

9. Starten des 2. Perkolationslaufes (Rücktausch)
(in der Regel wird die 2. Perkolation abends gestartet und läuft über Nacht!)

- Zunächst werden alle Schlauchklammern (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit $MgCl_2$-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)
- Alle Verbindungen müssen auf Dichtigkeit geprüft werden. Kanäle mit undichten Stellen werden sofort gestoppt und am nächsten Tag mit der gleichen Bodensäule nochmals gestartet; die ersten Lösungstropfen im Auffangkolben (Ko) dürfen nicht verworfen werden!

10. Arbeitsschritte nach Beendigung des 2. Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist am nächsten Morgen beendet, wenn die gesamte $MgCl_2$-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.
- Die Pumpen (P2) werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Meßkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit $MgCl_2$-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)
- Die Spritzen (Sp1) mit dem Bodenmaterial incl. Schlauch (Sch2) und Schnellverschluss (SchV) werden aus den Halteklammern (K1) herausgenommen, Boden und Filter über einem Sieb herausgeklopft oder mit einem Wasserschlauch leergespült und die Spritzen gründlich 3-4 mal mit H_2O demin. gespült und getrocknet.
- Die Schläuche (Sch3) und das im Stopfen (S4) befindliche Glasrohr werden mit Hilfe einer Spritzflasche mit H_2O demin gespült (Becherglas unterhalten!).
- Wird die Anlage am nächsten Tag nicht betrieben, so müssen auch die Tropftrichter (T1), die Schläuche (Sch1) und die Glasröhrchen in den Stopfen (S3) mit H_2O demin. gespült werden.

11. Spülen/Stilllegen der Anlage

- Zum Wochenende oder bei längeren Betriebspausen der Anlage sollte die Anlage gründlich mit H_2O demin. gespült werden. Dazu wird das Vorratsgefäß V1 vom Anschlußschlauch abgeschraubt und der Schlauch in ein 5 l-Gefäß

mit H_2O demin gesteckt. Dann wird die Pumpe P1 eingeschaltet und die Leitung L1 mit 2-3 l H_2O demin gespült. Anschließend werden alle Trichter (T1) mit H_2O demin. gefüllt und das Spülwasser über die Verbindung Spritze/Kolben (SchV, Sch3, S4) abgelassen. Danach wird alles nochmals mit H_2O demin. aus einer Spritzflasche durchgespült.

- Zum Trocknen werden die Stopfen (S1) von den Tropftrichtern (T1) abgenommen.
- Die graue PVC-Rückwand und die Kolbenhalteleiste werden gründlich abgewischt und so $BaCl_2$- und $MgCl_2$-Spritzer entfernt.

Boden Humus	effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 1)	Level I+II
Norm:UNEP-UN/ECE Methode 9106SA In Anlehnung an DIN ISO 11260	HBU: 11.8c; 3.7.2.1.a	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Kationenaustauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Der Boden wird dazu mit der $BaCl_2$-Lösung geschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.

$$2 \; \underset{\text{Mg NH}_4}{\overset{\text{K Na Ca}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 7\,Ba^{2+} \rightarrow \underset{\text{Ba Ba Ba}}{\overset{\text{Ba Ba Ba Ba}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 2\,[Na^{+} + K^{+} + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^{+}]$$

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die Austauschkapazität.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muss die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH]^{2+} + H^{+}$$

Auch austauschbares NH_4^{+} kann mit dieser Methode erfasst werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^{+} liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Zentrifuge mit Rotor
Zentrifugengläser (z.B. Polycarbonat), 25-50 ml
Schüttelmaschine
Kunststoff-Trichter
Schwarzband-Filter
Probenflaschen (PE)

4. Chemikalien:

Bariumchlorid: $BaCl_2 * 2\,H_2O$ p.a.

5. Lösungen:

0,1 M $BaCl_2$-Lösung: 122,14 g $BaCl_2$*2 H_2O p.a. werden in eine 5 l-Vorratsflasche gegeben und auf 5 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.2 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:

a.) Gewinnung der $BaCl_2$-Extrakte der Bodenproben:

Je 2,5 g der Bodenproben werden in Zentrifugenröhrchen eingewogen und mit 30 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung versetzt. Anschließend werden die verschlossenen Röhrchen auf eine Schüttelmaschine gelegt und 2 Std. geschüttelt. Danach werden die Röhrchen in der Zentrifuge mit mind. 3.000 * g ca. 15 min. zentrifugiert. Die überstehende Lösung in den Röhrchen wird über einen Kunststofftrichter mit Schwarzbandfilter direkt in eine PE-Flasche überführt.
Anschließend werden der pH-Wert und die austauschbaren Kationen im Extrakt gemessen. Falls die gewonnene Lösung nicht ausreicht für die Messung des pH-Wertes und aller Kationen, kann sie vor der Messung mit 0,1 M $BaCl_2$-Lösung z.B. 1:5 verdünnt werden. Dies ist bei der Konzentrationsberechnung zu berücksichtigen.

(bei der ansonsten identischen UNEP-UN/ECE Methode 9106SA wird 2 g Boden mit 20 ml 0,1 M BaCl2-Lösung geschüttelt und nach der Zentrifugation die überstehende Lösung direkt in eine PE-Flasche filtriert. Da die Ausbeute nur ca. 15 ml beträgt, kann dies ev. zu Problemen bei der pH- und ICP-Messung führen!)

Anmerkungen:

1. Die verwendeten Filterpapiere sind mit der verwendeten $BaCl_2$-Lösung zu konditionieren, da bei ungespülten Papieren die pH-Wert-Messung verfälscht werden kann.

b.) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $BaCl_2$-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**

Na	39.1.5
H	76.1.5

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.
3. Die Austauschazidität kann alternativ zur Berechnung nach c.3 auch durch Titration des Extraktes nach DIN EN ISO 14252:2011-09, HBU 3.7.2.3.a bestimmt werden.

c.) Berechnung der Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten $BaCl_2$-Lösung in ml (30 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_P} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_P}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_P} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung (5,6 einsetzen)

V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für verschiedene pH(p)-Werte ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Im Anhang 1 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte.

c.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AK_e[\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A3.2.1.1: Vergleichbarkeit siehe Anhang 2 und König u. Bartens (1995)
b) Austauschkapazität Humus, Methode A3.2.1.9: siehe Anhang 2 Methode A3.2.1.9

9. Literatur:

1. 1. BMELF (Hrg.), (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden, S. 23 f.
2. DIN ISO 11260, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der effektiven Kationen-austauschkapazität und der Basensättigung unter Verwendung Bariumchlorid-lösung
3. DIN EN ISO 14254, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (2011): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Austausch-acidität in Bariumchloridextrakten (ISO 14254:2001); Deutsche Fassung EN ISO 14254:2011-09
4. International Cooperative Programme on Assessment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests, BFH (Hrg.) (1994): Manual on Methods and criteria of the effects of air pollution and forests, 3. Edition, Hamburg: UNEP-UN/ECE Methode 9106SA

5. König, u. Bartens (1995): Untersuchung zur Vergleichbarkeit der Ake-Bestimmungen mittels $BaCl_2$-Extraktion (EG-Methode) und NH_4Cl-Perkolation (deutsche Methode); Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 44
6. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKEG1.1

ANHANG 1

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte

(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor
		4,6	18,8	4,1	57,2	3,6	179	3,1	563	2,6	1774
		4,59	19,2	4,09	58,5	3,59	1 83	3,09	576	2,59	1816
		4,58	19,6	4,08	59,9	3,58	187	3,08	590	2,58	1858
		4,57	20,1	4,07	61,3	3,57	192	3,07	604	2,57	1900
		4,56	20,5	4,06	62,7	3,56	196	3,06	618	2,56	1943
		4,55	21	4,05	64,1	3,55	201	3,05	632	2,55	1993
		4,54	21,4	4,04	65,6	3,54	205	3,04	647	2,54	2035
		4,53	21,9	4,03	67,1	3,53	210	3,03	662	2,53	2084
		4,52	22,4	4,02	68,6	3,52	215	3,02	677	2,52	2134
		4,51	22,9	4,01	70,2	3,51	220	3,01	693	2,51	2183
		4,50	23,4	4	71,8	3,5	225	3	709	2,5	2233
		4,49	23,9	3,99	73,5	3,49	230	2,99	721	2,49	2289
		4,48	24,4	3,98	75,1	3,48	235	2,98	743	2,48	2341
		4,47	25	3,97	76,9	3,47	241	2,97	757	2,47	2401
		4,46	25,5	3,96	78,6	3,46	246	2,96	778	2,46	2451
		4,45	26,1	3,95	80,4	3,45	252	2,95	792	2,45	2511
		4,44	26,7	3,94	82,3	3,44	258	2,94	813	2,44	2571
		4,43	27,3	3,93	84,2	3,43	264	2,93	827	2,43	2631
		4,42	27,9	3,92	86,2	3,42	270	2,92	848	2,42	2691
		4,41	28,5	3,91	88,1	3,41	276	2,91	870	2,41	2751
		4,4	29,2	3,9	90,1	3,4	283	2,9	891	2,4	2821
		4,39	29,8	3,89	92,2	3,39	289	2,89	912	2,39	2881
		4,38	30,5	3,88	94,3	3,38	296	2,88	933	2,38	2961
		4,37	31,2	3,87	96,5	3,37	303	2,87	954	2,37	3021
		4,36	31,9	3,86	98,7	3,36	310	2,86	976	2,36	3091
		4,35	32,6	3,85	101	3,35	317	2,85	997	2,35	3161
		4,34	33,4	3,84	103	3,34	325	2,84	1024	2,34	3241
		4,33	34,1	3,83	106	3,33	332	2,83	1046	2,33	3311
		4,32	34,9	3,82	108	3,32	340	2,82	1067	2,32	3391
		4,31	35,7	3,81	111	3,31	348	2,81	1095	2,31	3471
		4 3	36,5	3,8	113	3,3	356	2,8	1117	2,30	3551
4,8	12,2	4,29	37,3	3,79	116	3,29	364	2,79	1145	2,29	3631
4,79		4,28	38,2	3,78	118	3,28	373	2,78	1173	2,28	3721
4,78		4,27	39	3,77	121	3,27	381	2,77	1202	2,27	3801
4,77	13	4,26	39,9	3,76	124	3,26	390	2,76	1230	2,26	3891
4,76	13,3	4,25	40,8	3,75	127	3,25	399	2,75	1258	2,25	3981
4,75	13,6	4,24	41,7	3,74	130	3,24	408	2,74	1286	2,24	4071
4,74	13,9	4,23	42,7	3,73	133	3,23	418	2,73	1315	2,23	4171
4,73	14,2	4,22	43,9	3,72	136	3,22	430	2,72	1350	2,22	4271
4,72	14,5	4,21	44,7	3,71	139	3,21	438	2,71	1378	2,21	4371
4,71	14,8	4,20	45,1	3,70	142	3,20	448	2,70	1413	2,20	4471
4,7	15,1	4,19	46,7	3,69	146	3,19	458	2,69	1442	2,19	4571
4,69	15,5	4,18	47,3	3,68	149	3,18	469	2,68	1477	2,18	4681
4,68	15,8	4,17	48,9	3,67	152	3,17	480	2,67	1512	2,17	4791
4,67	16,1	4,16	50	3,66	156	3,16	491	2,66	1548	2,16	4901
4,66	16,5	4,15	51,1	3,65	159	3,15	502	2,65	1583	2,15	5001
4,65	16,8	4,14	52,3	3,64	163	3,14	514	2,64	1618	2,14	5131
4,64	17,2	4,13	53,5	3,63	167	3,13	526	2,63	1654	2,13	5251
4,63	17,6	4,12	54,7	3,62	170	3,12	538	2,62	1695	2,12	5371
4,62	18	4,11	56	3,61	175	3,11	551	2,61	1731	2,11	5501
4,61	18,4	4,10	57,2	3,60	179	3,10	563	2,60	1774	2,10	5621

ANHANG 2

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der AKe-Bestimmung in Bodenproben zwischen den Methoden A3.2.1.1 (AKe) und A3.2.1.3 (AKe EU 1)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.1:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; perkolieren mit 1 N NH_4Cl

b. **A3.2.1.3 (in Anlehnung an DIN ISO 11260):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; ausschütteln mit 0,1 M $BaCl_2$

2. Durchführung:

An 482 Bodenproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurde die Austauschkapazität mit beiden genannten Methoden bestimmt.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es keine direkte Vergleichbarkeit. Für die untersuchten austauschbaren basischen Kationen liegt die mittlere Abweichung zwar nur zwischen 8 und 20 % bei Regressionskoeffizienten von R^2 = 0,95 bis 0,99. Bei den sauren Kationen jedoch liegt die mittlere Abweichung je nach Kation zwischen 35 und 50 % bei einem von R^2 = 0,95 bis 0,97. (Details siehe Tabelle 1 und Graphiken 1-8)
Während die Austauschkapazität mit der AK EU 1-Methode im Vergleich zur AKe-Methode um ca. 30 % unterschätzt wird (siehe Graphik 9), ist die Basensättigung relativ gut vergleich bar (Graphik 10).
Für Datenvergleiche ist eine Umrechnung zwischen beiden Methoden prinzipiell möglich (siehe dazu auch König u. Bartens, 1995). Die Ergebnisse der Untersuchung von König und Bartens (1995) an 182 Bodenproben unterscheiden sich bei einigen Elementen jedoch von denen dieses Vergleichs um bis zu 15 %. In Tabelle 2 sind deshalb die Ergebnisse beider Untersuchungen nebeneinander gestellt.

4. Literatur:

König u. Bartens (1995): Untersuchung zur Vergleichbarkeit der Ake-Bestimmungen mittels $BaCl_2$-Extraktion (EG-Methode) und NH_4Cl-Perkolation (deutsche Methode); Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 44

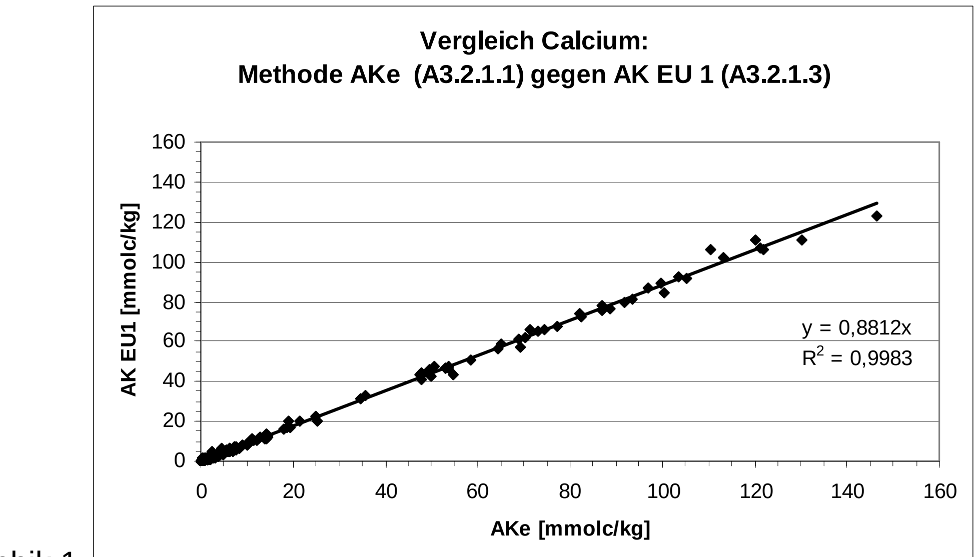
5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

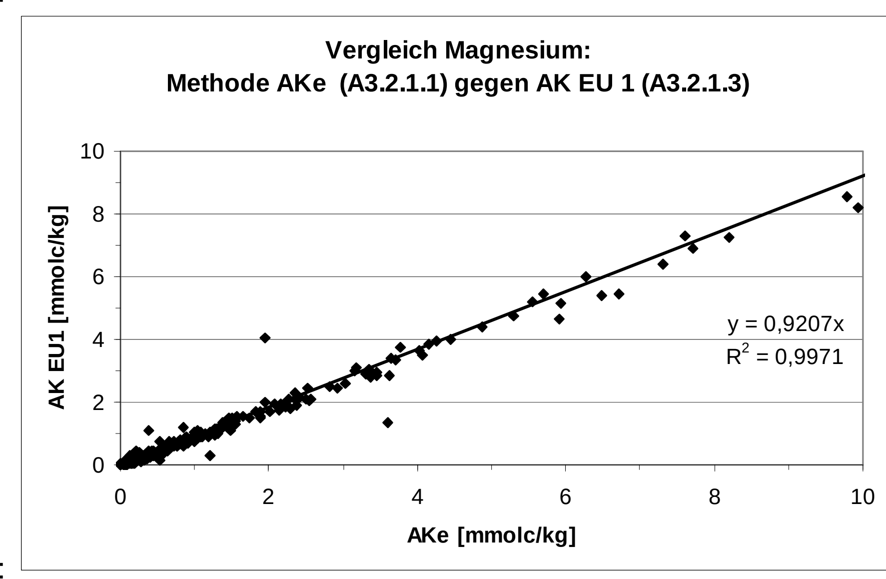
6. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1: Vergleich zwischen AKe (x-Achse) und AK EU 1 (y-Achse) (n=482)

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)	
Element	Korr.-Koeff.	Steigung
Ca	0,99	0,88
Mg	0,99	0,92
K	0,98	0,81
Na	0,95	0,80
Al	0,95	0,64
Fe	0,94	0,67
Mn	0,97	0,66
H	0,95	0,48
AK	0,94	0,73
BS	0,98	1,07




Graphik 1:



Graphik 2:

Vergleich Kalium:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AKe [mmolc/kg]
y = 0,8076x
R^2 = 0,9775

Graphik 3:

Vergleich Natrium:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AKe [mmolc/kg]
y = 0,8024x
R^2 = 0,9489

Graphik 4:

Vergleich Aluminium:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AKe [mmolc/kg]
y = 0,6441x
R^2 = 0,9522

Graphik 5:

Vergleich Eisen:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

y = 0,6663x
R^2 = 0,9413

AK EU1 [mmolc/kg]

AKe [mmolc/kg]

Graphik 6:

Vergleich Mangan:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

y = 0,6597x
R^2 = 0,9745

AK EU1 [mmolc/kg]

AKe [mmolc/kg]

Graphik 7:

Vergleich Protonen:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

y = 0,476x
R^2 = 0,9542

AK EU1 [mmolc/kg]

AKe [mmolc/kg]

Graphik 8:

Vergleich eff. Austauschkapazität:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AKe [mmolc/kg]
y = 0,7266x
R^2 = 0,9418

Graphik 9:

Vergleich Basensättigung:
Methode AKe (A3.2.1.1) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AKe [mmolc/kg]
y = 1,0681x
R^2 = 0,9803

Graphik 10:

Tabelle 2: Vergleich der Korrelationskoeffizienten des hier beschriebenen Methodenvergleichs (482 Proben) und des von König u. Bartens (1995) durchgeführten Vergleichs (182 Proben)

	dieser Vergleich		Vergleich König u. Bartens		
Element	Korr.-Koeff.	**Steigung**	Korr.-Koeff.	**Steigung**	Achsenabschnitt
Ca	0,99	**0,88**	0,99	**0,98**	-0,08
Mg	0,99	**0,92**	0,99	**0,93**	0,04
K	0,98	**0,81**	0,92	**0,78**	0,04
Na	0,95	**0,80**	0,95	**0,95**	0,00
Al	0,95	**0,64**	0,96	**0,61**	0,65
Fe	0,94	**0,67**	0,97	**0,61**	0,18
Mn	0,97	**0,66**	0,98	**0,74**	0,02
H	0,95	**0,48**	0,98	**0,52**	0,56
AK	0,94	**0,73**	0,96	**0,62**	1,78
BS	0,98	**1,07**	-	-	-

Boden Humus	**Effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 2)**	
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11260	**HBU: 3.7.2.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Kationenaustauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Der Boden wird dazu mit der $BaCl_2$-Lösung geschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.

$$2\ \underset{\text{Mg NH}_4}{\overset{\text{K Na Ca}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 7\ Ba^{2+} \rightarrow \underset{\text{Ba Ba Ba}}{\overset{\text{Ba Ba Ba Ba}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 2\ [Na^{+} + K^{+} + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^{+}]$$

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die Austauschkapazität.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH]^{2+} + H^{+}$$

Auch austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Zentrifuge mit Rotor
Zentrifugengläser Polycarbonat 50 ml
Schüttelmaschine
Kunststoff-Trichter
100 ml Messkolben
Geeignete Papier-Filter
Probenflaschen (PE) 100 ml

4. Chemikalien:

Bariumchlorid: $BaCl_2 * 2\ H_2O$ p.a.

5. Lösungen:

0,1 M $BaCl_2$-Lösung: 122,14 g $BaCl_2$*2 H_2O p.a. werden in eine 5 l-Vorratsflasche gegeben und auf 5 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.2 und A1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt nach DIN ISO 11260.

a.) Gewinnung der $BaCl_2$-Extrakte:

Je 2,5 g der Boden- oder Humusproben werden in Zentrifugenröhrchen eingewogen und mit 30 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung versetzt. Anschließend werden die verschlossenen Röhrchen auf eine Schüttelmaschine gelegt und 1 Std. geschüttelt. Danach werden die Röhrchen in der Zentrifuge mit mind. 3.000 * g ca. 10 min. zentrifugiert. Die überstehende Lösung in den Röhrchen wird schließlich über einen Kunststofftrichter in einen 100 ml Messkolben überführt. 2 weitere Male wird je 30 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung zugesetzt, geschüttelt, zentrifugiert und die überstehende Lösung in den Messkolben abgefüllt. Danach wird der Meßkolben mit der 0,1 M $BaCl_2$-Lösung auf 100 ml aufgefüllt und der gesamte Extrakt über einen Kunststofftrichter mit geeignetem Papierfilter in eine PE-Flasche überführt.

b.) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $BaCl_2$-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.
3. Die Austauschazidität kann alternativ zur Berechnung nach c.3 auch durch Titration des Extraktes nach DIN EN ISO 14252:2011-09, HBU 3.7.2.3.a bestimmt werden.

c.) Berechnung der Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten $BaCl_2$-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung (5,6 einsetzen)
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für verschiedene pH(p)-Werte ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Im Anhang 1 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte.

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AK_e[\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11260, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der effektiven Kationen-austauschkapazität und der Basensättigung unter Verwendung Bariumchlorid-lösung
2. DIN EN ISO 14254, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (2011): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Austausch-acidität in Bariumchloridextrakten (ISO 14254:2001); Deutsche Fassung EN ISO 14254:2011-09
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Element-bestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldöko-systeme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitäts-kontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldöko-syst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKEG1.1

ANHANG 1

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte
(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor
		4,6	18,8	4,1	57,2	3,6	179	3,1	563	2,6	1774
		4,59	19,2	4,09	58,5	3,59	1 83	3,09	576	2,59	1816
		4,58	19,6	4,08	59,9	3,58	187	3,08	590	2,58	1858
		4,57	20,1	4,07	61,3	3,57	192	3,07	604	2,57	1900
		4,56	20,5	4,06	62,7	3,56	196	3,06	618	2,56	1943
		4,55	21	4,05	64,1	3,55	201	3,05	632	2,55	1993
		4,54	21,4	4,04	65,6	3,54	205	3,04	647	2,54	2035
		4,53	21,9	4,03	67,1	3,53	210	3,03	662	2,53	2084
		4,52	22,4	4,02	68,6	3,52	215	3,02	677	2,52	2134
		4,51	22,9	4,01	70,2	3,51	220	3,01	693	2,51	2183
		4,50	23,4	4	71,8	3,5	225	3	709	2,5	2233
		4,49	23,9	3,99	73,5	3,49	230	2,99	721	2,49	2289
		4,48	24,4	3,98	75,1	3,48	235	2,98	743	2,48	2341
		4,47	25	3,97	76,9	3,47	241	2,97	757	2,47	2401
		4,46	25,5	3,96	78,6	3,46	246	2,96	778	2,46	2451
		4,45	26,1	3,95	80,4	3,45	252	2,95	792	2,45	2511
		4,44	26,7	3,94	82,3	3,44	258	2,94	813	2,44	2571
		4,43	27,3	3,93	84,2	3,43	264	2,93	827	2,43	2631
		4,42	27,9	3,92	86,2	3,42	270	2,92	848	2,42	2691
		4,41	28,5	3,91	88,1	3,41	276	2,91	870	2,41	2751
		4,4	29,2	3,9	90,1	3,4	283	2,9	891	2,4	2821
		4,39	29,8	3,89	92,2	3,39	289	2,89	912	2,39	2881
		4,38	30,5	3,88	94,3	3,38	296	2,88	933	2,38	2961
		4,37	31,2	3,87	96,5	3,37	303	2,87	954	2,37	3021
		4,36	31,9	3,86	98,7	3,36	310	2,86	976	2,36	3091
		4,35	32,6	3,85	101	3,35	317	2,85	997	2,35	3161
		4,34	33,4	3,84	103	3,34	325	2,84	1024	2,34	3241
		4,33	34,1	3,83	106	3,33	332	2,83	1046	2,33	3311
		4,32	34,9	3,82	108	3,32	340	2,82	1067	2,32	3391
		4,31	35,7	3,81	111	3,31	348	2,81	1095	2,31	3471
		4 3	36,5	3,8	113	3,3	356	2,8	1117	2,30	3551
4,8	12,2	4,29	37,3	3,79	116	3,29	364	2,79	1145	2,29	3631
4,79		4,28	38,2	3,78	118	3,28	373	2,78	1173	2,28	3721
4,78		4,27	39	3,77	121	3,27	381	2,77	1202	2,27	3801
4,77	13	4,26	39,9	3,76	124	3,26	390	2,76	1230	2,26	3891
4,76	13,3	4,25	40,8	3,75	127	3,25	399	2,75	1258	2,25	3981
4,75	13,6	4,24	41,7	3,74	130	3,24	408	2,74	1286	2,24	4071
4,74	13,9	4,23	42,7	3,73	133	3,23	418	2,73	1315	2,23	4171
4,73	14,2	4,22	43,9	3,72	136	3,22	430	2,72	1350	2,22	4271
4,72	14,5	4,21	44,7	3,71	139	3,21	438	2,71	1378	2,21	4371
4,71	14,8	4,20	45,1	3,70	142	3,20	448	2,70	1413	2,20	4471
4,7	15,1	4,19	46,7	3,69	146	3,19	458	2,69	1442	2,19	4571
4,69	15,5	4,18	47,3	3,68	149	3,18	469	2,68	1477	2,18	4681
4,68	15,8	4,17	48,9	3,67	152	3,17	480	2,67	1512	2,17	4791
4,67	16,1	4,16	50	3,66	156	3,16	491	2,66	1548	2,16	4901
4,66	16,5	4,15	51,1	3,65	159	3,15	502	2,65	1583	2,15	5001
4,65	16,8	4,14	52,3	3,64	163	3,14	514	2,64	1618	2,14	5131
4,64	17,2	4,13	53,5	3,63	167	3,13	526	2,63	1654	2,13	5251
4,63	17,6	4,12	54,7	3,62	170	3,12	538	2,62	1695	2,12	5371
4,62	18	4,11	56	3,61	175	3,11	551	2,61	1731	2,11	5501
4,61	18,4	4,10	57,2	3,60	179	3,10	563	2,60	1774	2,10	5621

Boden Humus	Basensättigung nach Kappen-Adrian	Länder (BB, MV)
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Summe der basisch austauschbaren Kationen (S-Wert) wird durch Extraktion mit 0,1 M Salzsäure ermittelt.
Die Summe der löslichen und austauschbaren sauren Kationen (H-Wert) wird durch die Extraktion des Bodens mit einem schwach alkalischen Borat-Calciumchlorid-Gemisch (pH 8,5) bestimmt.
Die Gesamtsumme der löslichen und austauschbaren Kationen (T-Wert) ergibt sich rechnerisch als Summe der analytisch ermittelten Werte für S und H.
Der V-Wert (Basensättigungsgrad) ergibt sich ebenfalls rechnerisch nach:

$$V(\%) = \frac{S}{T} * 100$$

Anmerkung:

1. Die Bestimmung der Basensättigung nach Kappen-Adrian ist seit den frühen 50er-Jahren eine Standardmethode in der Standortskartierung und Forstbodenkunde der ehem. DDR und wird in den meisten der neuen Bundesländern auch heute noch routinemäßig angewandt.

Achtung!
Diese Methode ist nur für carbonatfreie Böden geeignet!

2. Störungen:

Für karbonathaltige Böden ist dieses Verfahren nicht geeignet.
Bei stärker gefärbten Lösungen, z.B. aus eisenreichen Sanden, oder auch bei Ausflockungen während der Titration mit 0,1 M NaOH ist die Erkennung des Indikatorumschlages schwierig und kann daher zu einer geringeren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse führen. Hier ist auf jeden Fall die potentiometrische Titration zu empfehlen. Hohe Mangan-Konzentrationen (z.B. aus Konkretionen) können zu überhöhten S-Werten führen.

3. Geräte und Zubehör:

Titrator
Alternativ: Bürette und Rührer
250 ml- und 500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
Filterpapier (Schwarzband)

4. Chemikalien:

Salzsäure (HCl) 0,1 M
Natronlauge (NaOH) 0,1 M
Natriumhydroxid (NaOH) p.a.
Borsäure (H_3BO_3) p.a.

Calciumchlorid ($CaCl_2 * 6 H_2O$) p.a.
Methylrot, Indikator
Methylenblau
Ethanol, vergällt mit Ethylmethylketon, p.a.

5. Lösungen:

Borat-Lösung: 124 g H_3BO_3 + 40 g NaOH werden in einem 10 l Gefäß eingewogen und mit H_2O_{demin} auf 10 l aufgefüllt

Calciumchlorid-Lösung: 55 g $CaCl_2$ 6 H_2O werden in ein Gefäß eingewogen und in 3,5 l 0,1 M HCl gelöst

Borat-Calciumchlorid-Lösung: 6,5 l Borat-Lösung und 3,5 l Calciumchlorid-Lösung werden in einem 10 l Gefäß gemischt (= pH 8,5; 50 ml des Gemisches müssen 13,8-14,3 ml 0,1 M HCl verbrauchen).

dikatorlösung: 100 ml Methylrot 0,2 % in Ethanol und 100 ml Methylenblau 0,1 % in Ethanol mischen (falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A.2.1 und A1.2.3

7. Durchführung:

a.) S-Wert-Bestimmung:

20 g lufttrockener, gesiebter Mineralboden oder 10 g lufttrockener, gesiebter Humus (jeweils < 2mm) werden in 250 ml PE-Flaschen eingewogen und mit 100 ml 0,1 M HCl versetzt. Nach dem Verschließen der Flaschen werden sie per Hand gut durchgeschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Anschließend wird die Suspension filtriert.
25 ml des Filtrates werden potentiometrisch mit 0,1 M NaOH auf pH 5,2 titriert (oder auf den Indikatorfarbumschlag von violett nach grün) und der NaOH-Verbrauch bestimmt.
Der S-Wert wird berechnet nach:

S-Wert ($mmol_c$ /100g Boden) = ((a-b)*4*10/E) * (100/(100-fo))

a = Titrationswert des Leeransatzes (Blindwertes) in ml
b = Titrationswert der Probe in ml
4 = Mengenverhältnis von Extraktionslösung zur Titrationsvorlage
E = Einwaage in g
fo = Wassergehalt des Bodens in %
10 = Faktor zur Umrechnung von 0,1 M Lösung auf $mmol_c$

b.) H-Wert-Bestimmung:

10 g lufttrockener, gesiebter Mineralboden oder 5 g lufttrockener, gesiebter Humus (< 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 250 ml Borat-Calziumchlorid-Lösung versetzt. Nach dem Verschließen der Flaschen werden sie per Hand gut durchgeschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Danach werden sie noch einmal durchgeschüttelt und die Suspension filtriert.

50 ml des klaren Filtrates werden potentiometrisch mit 0,1 M HCl auf pH 6,0 titriert (oder auf den Indikatorumschlag von grün nach violett) und der HCl-Verbrauch bestimmt.
Der H-Wert wird berechnet nach:

H-Wert ($mmol_c$ /100g Boden) = ((c-d)*5*10/E) * (100/(100-fo))

c = Titrationswert des Leeransatzes (Blindwertes) in ml
d = Titrationswert der Probe in ml
5 = Mengenverhältnis von Extraktionslösung zur Titrationsvorlage
E = Einwaage in g
fo= Feuchtigkeitsgehalt des Bodens in %
10 = Faktor zur Umrechnung von 0,1 M Lösung auf $mmol_c$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A3.2.1.1: siehe Anhang 1
b) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A3.2.1.1: Die Methoden führen nicht zu vergleichbaren Ergebnissen. Zum Methodenvergleich siehe u.a. Kopp (1982), Autorenkollektiv (1996) und Konopatzky u.a. (1999).
b) potentielle Kationenaustauschkapazität mit $BaCl_2$ Methode A3.2.1.2: Die Methoden führen nicht zu vergleichbaren Ergebnissen. Zum Methodenvergleich siehe u.a. Kopp (1982), Autorenkollektiv (1996) und Konopatzky u.a. (1999).

9. Literatur:

1. Autorenkollektiv des Landesamtes für Forstplanung Mecklenburg-Vorpommern (1996): Erkundungsergebnisse zur Bodenzustandsentwicklung in den Wäldern Mecklenburg-Vorpommerns zugleich Ergebnisse der Bodenzustandserhebung. Hsg. vom Ministerium für Landwirtschaft und Naturschutz des Landes Mecklenburg-Vorpommern, Schwerin, S. 47-50
2. Fiedler, Hoffmann, Höhne, Lentschig (1965): Die Untersuchung der Böden. Band 2. Verlag Theodor Steinkopff. Dresden und Leipzig, S. 60ff.
3. Konopatzky et. al. (1999): Standortskundliche Anfangsbefunde auf den Dauerbeobachtungsflächen Brandenburgs. Beitr. Forstwirtsch. u. Landsch.ökol. 33, 107-113
4. Kopp (1982): Grundlagen der Landnutzung am Beispiel des Tieflandes der DDR. Akademie-Verlag Berlin, S. 39ff.
5. VEB Forstprojektierung Potsdam, Labor Eberswalde (1988): Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der Sorptionsverhältnisse von Waldböden nach KAPPEN-Adrian

Anmerkungen:

1. Messtechnische Details können erfragt werden bei: Landesforstanstalt Eberswalde, Möllerstraße 1, 16225 Eberswalde

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der Austauschkapazitätsbestimmungen im Boden zwischen den Methoden A3.2.1.5 und A3.2.1.1

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.5:**
genaue Methodenbeschreibung siehe diese Methode

b. **A3.2.1.1:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Perkolation mit 1 N NH_4Cl

2. Durchführung:

An 145 Bodenproben von ausgewählten BZE-Punkten in Sachsen-Anhalt und der dortigen Standorkartierung wurden die Austauschkapazität und Basensättigung mit beiden Methoden bestimmt. Zusätzlich wurden in den Kappen-Adrian-Extrakten auch die Kationen bestimmt. Die Daten von 3 Proben mit S-Werten über 300 sowie von 5 Ausreißern wurden nicht berücksichtigt.

3. Ergebnisse:

Die Methoden sind nicht direkt vergleichbar. Für einige der untersuchten Parameter gibt es aber recht gute Korrelationen zwischen beiden Methoden, so dass nach entsprechender Umrechnung zumindest näherungsweise Vergleiche von Daten beider Methoden durchgeführt werden können.
Gut korrelieren die austauschbaren basischen Kationen mit den in S-Wert-Extrakten bestimmten Kationen (siehe Graphik 1-4). Dies gilt auch für den Vergleich zwischen den Mb-Kationen der AKe und dem Mb-Kationen der Kappen-Adrian-Methode bzw. dem S-Wert (siehe Graphik 5). Für die sauren Kationen aus der Ake gibt es keinen Zusammenhang zu den Kappen-Adrian-Extrakten.
Für die Basensättigung kann nur grob gesagt werden, dass sie bei der AKe-Methode etwa doppelt so groß ist wie bei der Kappen-Adrian-Methode. Der Vergleich zwischen der Gesamtaustauschkapazität (NH_4Cl) und der Summe aus S- und H-Wert (Kappen-Adrian) ergibt nur eine schwache Korrelation (siehe Graphik 6).
Da in der Regel bei der Kappen-Adrian-Methode die Einzelkationen nicht bestimmt werden, sind nur vergleichende Aussagen zur Basensättigung und der Summe der basischen Kationen über den S-Wert möglich.

4. Literatur

---

5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Graphiken:

Graphik 1:

Vergleich Ca: AKe gegen Kappen-Adrian (aus S-Wert-Extrakt)

Ca-KA [mmolc/kg]

Ca-AKe [mmolc/kg]

$y = 0,9848x$

$R^2 = 0,9754$

Graphik 2:

Vergleich Mg: AKe gegen Kappen-Adrian (aus S-Wert-Extrakt)

Mg-KA [mmolc/kg]

Mg-AKe [mmolc/kg]

$y = 1,2263x$

$R^2 = 0,9305$

Graphik 3:

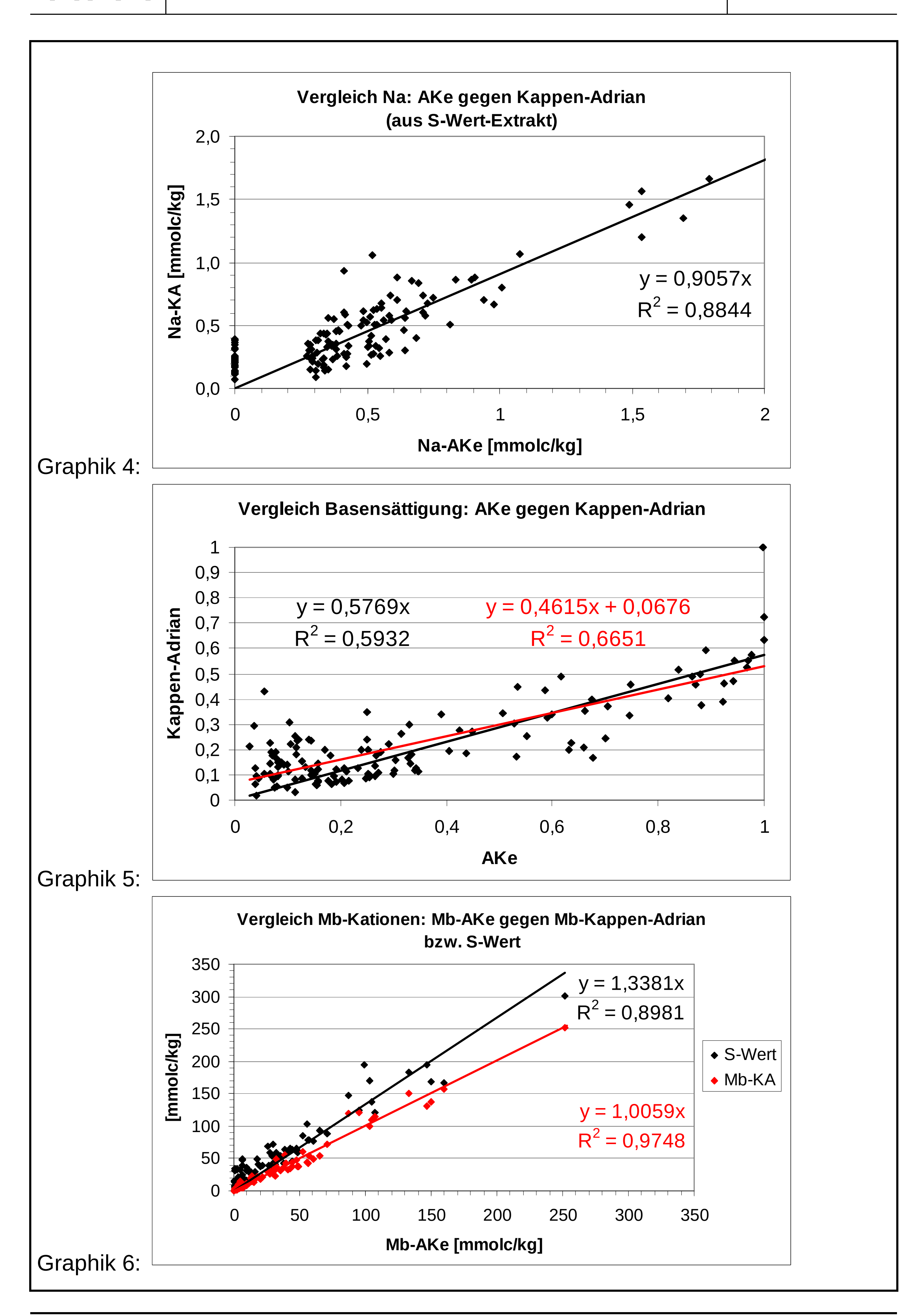
Vergleich K: AKe gegen Kappen-Adrian (aus S-Wert-Extrakt)

K-KA [mmolc/kg]

K-AKe [mmolc/kg]

$y = 0,8192x$

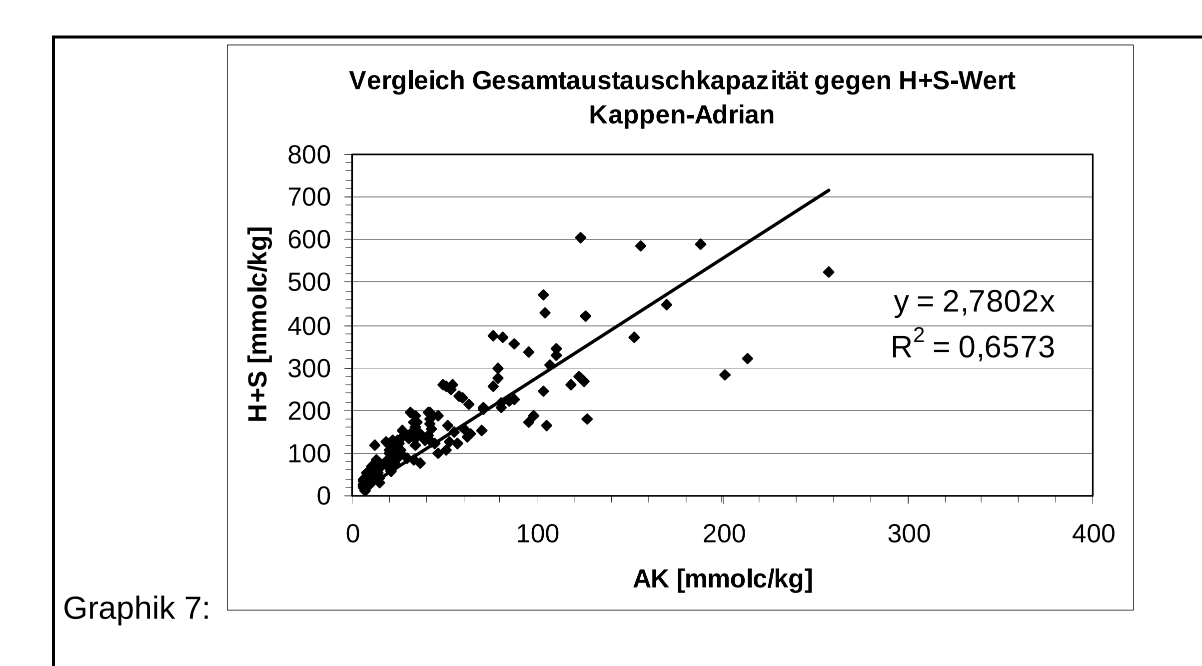
$R^2 = 0,9574$



Graphik 4:

Graphik 5:

Graphik 6:


Vergleich Gesamtaustauschkapazität gegen H+S-Wert
Kappen-Adrian
H+S [mmolc/kg]
800
700
600
500
400
300
200
100
0
0
100
200
300
400
AK [mmolc/kg]
y = 2,7802x
R2 = 0,6573

Graphik 7:

Boden	Effektive Kationenaustauschkapazität nach Bach (AK_e Schleswig-Holstein)	Länder (SH)
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AK_e erfolgt durch Austausch der Kationen mit $SrCl_2$-Lösung. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuß an Sr^{2+}-Ionen (0,1 M $SrCl_2$-Lösung) perkoliert. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da es sich um eine ungepufferte Lösung eines Neutralsalzes handelt.

$$\underset{\text{Al Fe NH}_4\text{ H}}{\overset{\text{K Na Ca Mg Mn}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 8\,Sr^{2+} \rightarrow \underset{\text{Sr Sr Sr Sr}}{\overset{\text{Sr Sr Sr Sr}}{\boxed{\text{Boden}}}} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+} + NH_4^+$$

Anschließend wird die Bodensäule mit Wasser $SrCl_2$-frei gespült und danach die eingetauschten Sr^{2+}-Ionen mit einer Magnesiumchloridlösung (0,1 M $MgCl_2$-Lösung) zurückgetauscht.

$$\underset{\text{Sr Sr Sr Sr}}{\overset{\text{Sr Sr Sr Sr}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 8\,Mg^{2+} \rightarrow \underset{\text{Mg Mg Mg Mg}}{\overset{\text{Mg Mg Mg Mg}}{\boxed{\text{Boden}}}} + 8\,Sr^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im 1. Perkolat werden ebenso wie die Sr-Konzentration im 2. Perkolat gemessen. Die Summe der Sr-Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität. Aus der Differenz der Sr-Ionenäquivalente und der Summe der Kationen-Ionenäquivalenten kann der Anteil der Protonenäquivalente bestimmt werden. Durch diesen Rücktausch kann die effektive Austauschkapazität auch bei Böden mit „freier" Bodenlösung, wie Carbonate oder Salze wie Natriumchlorid, bestimmt werden.

Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann auch aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäulen (mit einem Innendurchmesser von 2,8 cm (oben) bzw. 0,5 cm (Ausfluss) und einer lichten Höhe von 25 cm)

Verbandswatte als Filterwatte
200 ml Stohmannkolben mit Stopfen
Messbecher 10 ml
Messbecher 5 ml
Halter mit Dosiereinrichtung
oder:
Perkolationsanlage (siehe Anhang 1)

Anmerkung:
1. Alle Glasgeräte müssen aus Duranglas hergestellt sein.

4. Chemikalien:

Strontiumchlorid: $SrCl_2$ * 6 H_2O p.a.
Magnesiumchlorid : $MgCl_2$ * 6 H_2O p.a.
Seesand, mit Salzsäure gereinigt

5. Lösungen:

0,1 M $SrCl_2$-Lösung: 26,66 g $SrCl_2$ * 6 H_2O p.a. werden in eine 1 l-Vorratsflasche gegeben und auf 1 l mit H_2O demin. aufgefüllt.
0,1 M $MgCl_2$-Lösung: 20,33 g $MgCl_2$ * 6 H_2O p.a. werden in eine 1 l-Vorratsflasche gegeben und auf 1 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der $SrCl_2$-Perkolate der Bodenproben:

Die Perkolationssäulen werden in folgender Reihenfolge vorbereitet:
1. Eingabe von 2 g Watte als Basisdichtung
2. Zugabe eines Messbechers 5 ml Seesand
3. Zugabe von 5 g luftgetrockneter, auf 2 mm abgesiebter Bodenprobe, die mit einem Messbecher 10 ml Seesand vermischt ist (Blindprobe ohne Bodenprobe)
4. Aufgabe eines Messbechers 5 ml Seesand

Der Inhalt der Perkolationssäule wird 10-mal mit 20 ml 0,1 M $SrCl_2$-Lösung perkoliert, das jeweils nächste Lösungsquantum wird erst dann zugegeben, wenn die vorherige Zugabe durchgelaufen ist. Das Perkolat wird im untergestellten Stohmannkolben aufgefangen. Der gesamte Perkolationsvorgang dauert je nach Probenkonsistenz 1 bis 3 Stunden. Nach Beendigung der Perkolation wird mit der 0,1 M $SrCl_2$-Lösung bis zur Eichmarke (200 ml) aufgefüllt.

b) Gewinnung der MgCl2-Perkolates (Rücktausch)

Zur Entfernung überschüssigen Strontiumchlorids wird die Perkolationssäule 6-mal mit 20 ml demin. Wasser perkoliert und das Eluat verworfen.
Zum Rücktausch der eingetauschten Sr^{2+}- Kationen wird die Bodenprobe analog zur vorhergegangenen Perkolation 10 - mal mit je 20 ml 0,1 M $MgCl_2$-Lösung behandelt und das Perkolat in 200 ml Stohmannkolben aufgefangen. Nach Beendigung der Perkolation wird mit der 0,1 M $MgCl_2$-Lösung bis zur Eichmarke (200 ml) aufgefüllt.

c) Bestimmung der Elemente in der Perkolationslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $SrCl_2$-Lösung sowohl vor der Perkolation als auch im Perkolat so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,1 M $SrCl_2$-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $SrCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

d) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

d.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten $SrCl_2$-Lösung in ml (200 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^{+} = 22,99 Ca^{2+} = 20,04 Fe^{3+} = 18,62 Al^{3+} = 8,99
K^{+} = 39,10 Mg^{2+} = 12,16 Mn^{2+} = 27,47 Sr^{2+} = 43,81
H^{+} = 1,01

d.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $SrCl_2$-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel und eine Tabelle des Faktors F für verschiedene pH(p)-Werte sind nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).

d.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AK_e[μmol_c/g] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

d.4.) Bestimmung der Ake und Protonenäquivalente aus dem Rücktausch:

Alternativ kann die Ake (in [µmolc/g Boden]) aus der gemessen Sr-Konzentration im 2. Perkolat mit Hilfe der Gleichung in d.1. errechnet werden:

AK_e [μmol_c/g Boden] = IE_{Sr}

Aus der Differenz der Summe der Kationenäquivalente und der so bestimmten AK_e können die Protonenäquivalente bestimmt werden.

$IE_H = AK_e$ [μmol_c/g Boden] – { $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe}$ }

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A 3.2.1.1: siehe Anhang 1 und Sänger-von Oepen et al. (1993)

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
2. Sänger-von Oepen et al. (1993): Vorstellung der $SrCl_2$-Methode nach Bach zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität und Vergleich mit der NH_4Cl-methode; Z. Pflanzenern. Bodenk., 156, S. 311 ff

Anmerkungen:

Die $SrCl_2$ –Methode zur Ermittlung der effektiven Kationenaustauschkapazität von Böden wurde von Herrn Dr. H. Bach, einem ehemaligen Geochemiker des ehem. Geologischen Landesamtes Schleswig-Holstein entwickelt. Sie wird vornehmlich in Schleswig-Holstein eingesetzt. Details können erfragt werden bei:
Landeslabor Schleswig-Holstein, Mercatorstraße 7, 24106 Kiel

ANHANG 1

König, N. (2014):
Vergleich der AKe-Bestimmung in Bodenproben zwischen den Methoden A3.2.1.6 (AKe Schleswig-Holstein) und A3.2.1.1 (AKe)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.6:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; perkolieren mit 0,1 M $SrCl_2$

b. **A3.2.1.1:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; perkolieren mit 1 N NH_4Cl

2. Durchführung:

An 45 Bodenproben ohne Carbonat aus dem BZE I-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurde die Austauschkapazität mit beiden genannten Methoden in 3-facher Wiederholung bestimmt.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es keine direkte Vergleichbarkeit, aber gute Korrelationen (Details siehe Tabelle 1 und Graphiken 1-9.) Für die basischen Kationen und Mn, Fe und Protonen sind die Ergebnisse beider Methoden recht gut vergleichbar oder weichen max. um 10 % ab. Für Aluminium liegen die Minderbefunde mit der $SrCl_2$-Methode bei gut 20 %, für die Austauschkapazität bei 15 %. Die Korrelationskoeffizienten liegen für alle Parameter zwischen 0,94 und 0,99.
Die für dieses Probenkollektiv gefundenen Werte sind ähnlich, aber nicht identisch mit denen der Veröffentlichung von Sänger von Oepen (1993), wobei dort die Probenzahl der carbonatfreien Proben deutlich geringer und die Streuungen deutlich höher waren.

4. Literatur:

Sänger-von Oepen et al. (1993): Vorstellung der $SrCl_2$-Methode nach Bach zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität und Vergleich mit der NH_4Cl-methode; Z. Pflanzenern. Bodenk., 156, S. 311 ff

5. Durchführendes Labor:

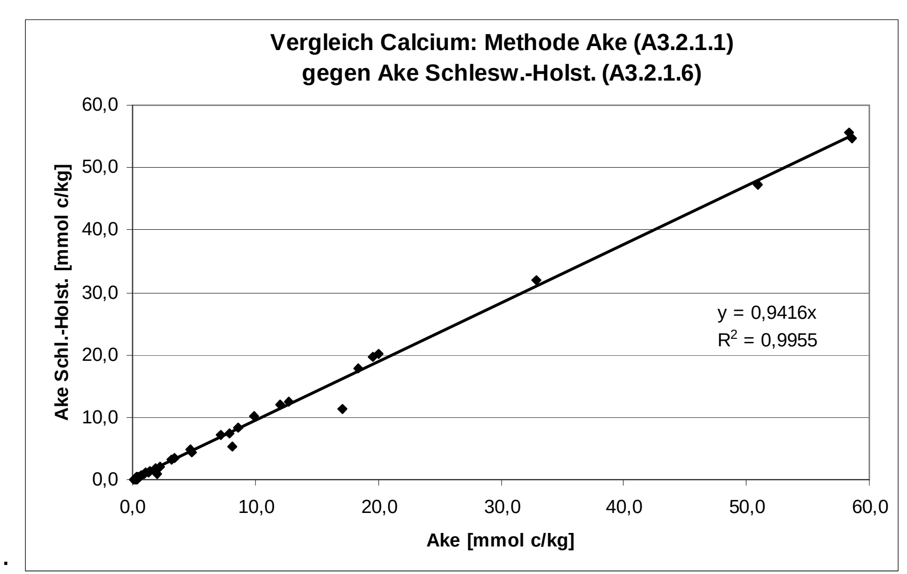
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

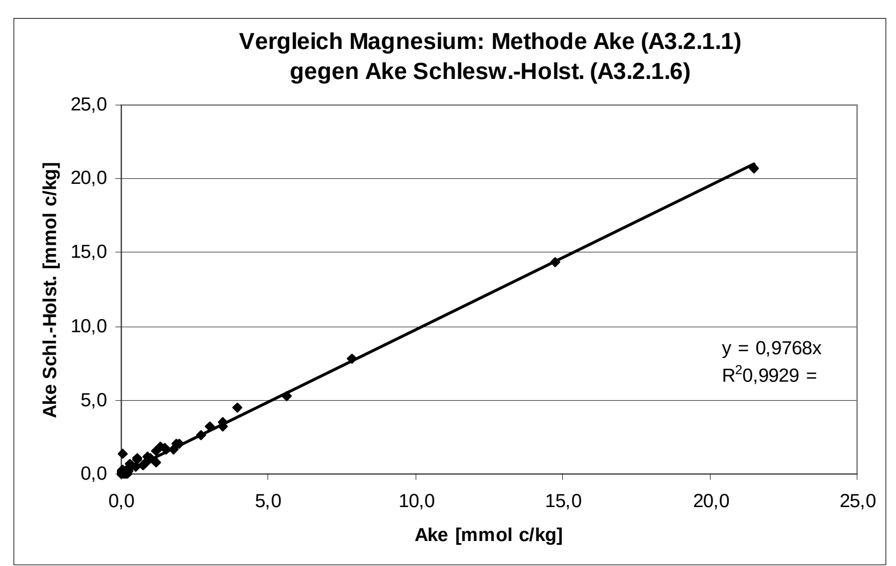
Tabelle 1: Vergleich zwischen AKe (x-Achse) und AKe Schleswig-Holstein (y-Achse) (n=45)

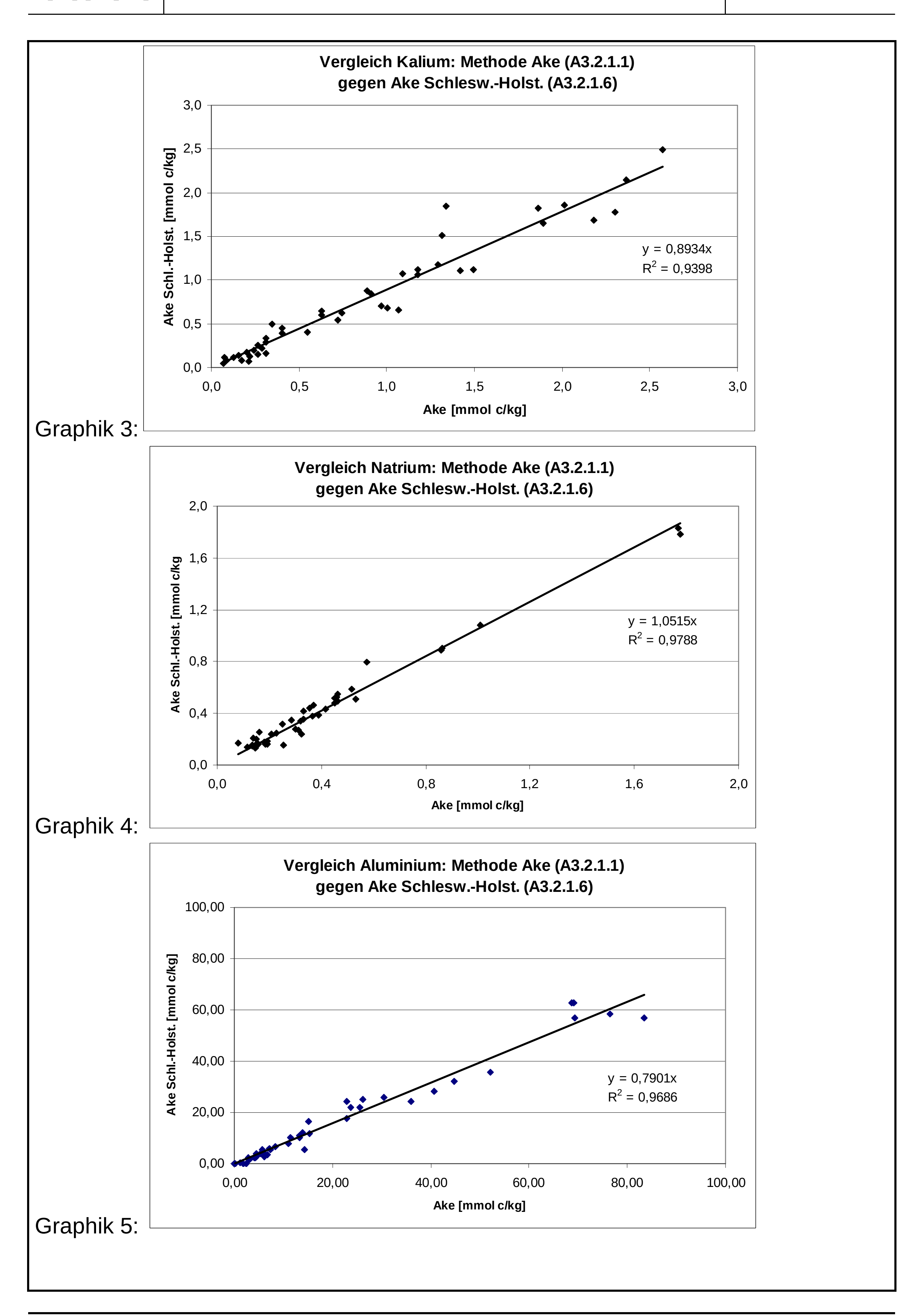
	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)	
Element	Korr.-Koeff.	Steigung
Ca	0,99	0,94
Mg	0,99	0,98
K	0,94	0,89
Na	0,98	1,05
Al	0,97	0,79
Fe	0,99	0.93
Mn	0,99	0,95
H	0,96	1,05
AK	0,97	0,85

Graphik 1:

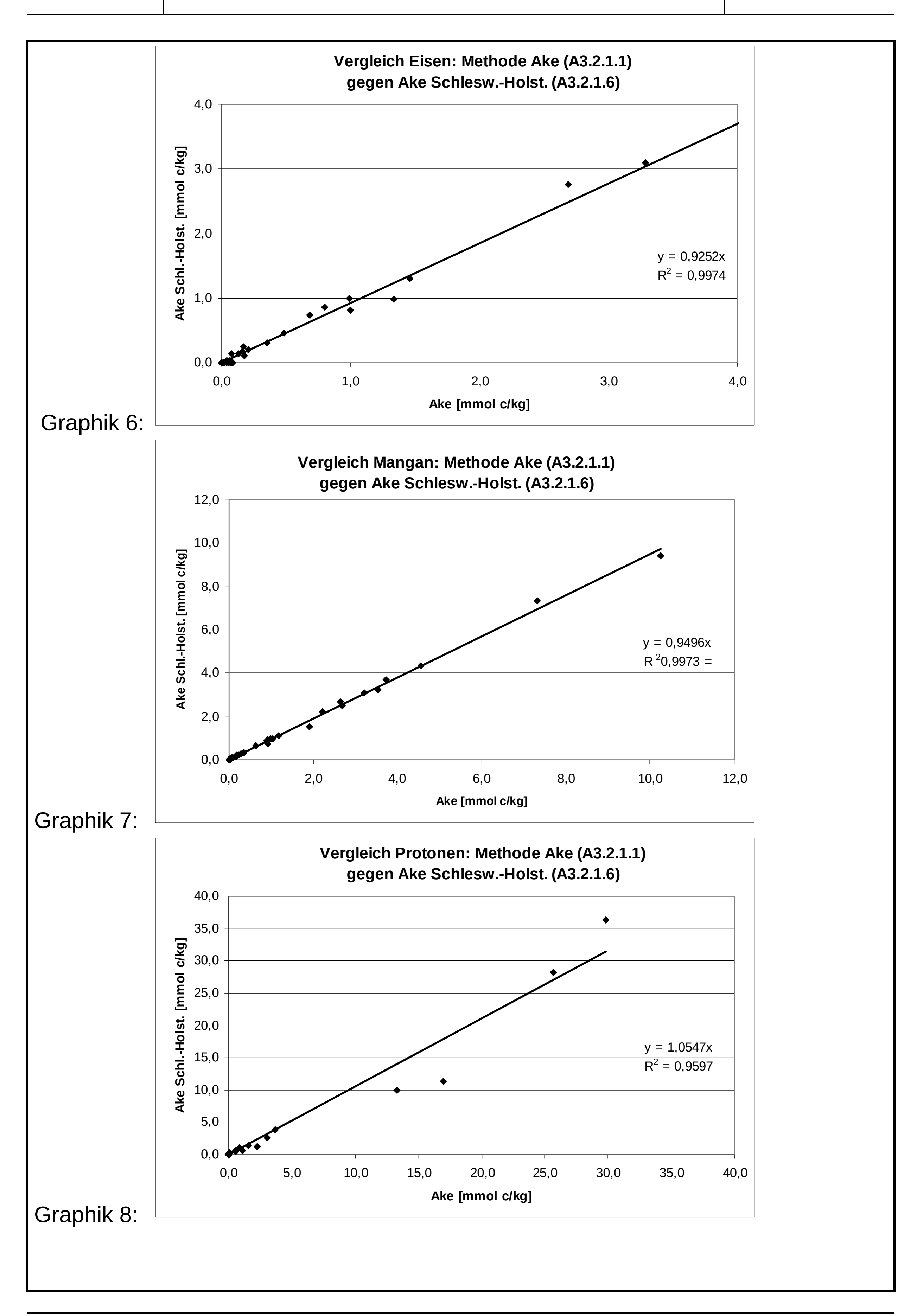


Graphik 2:

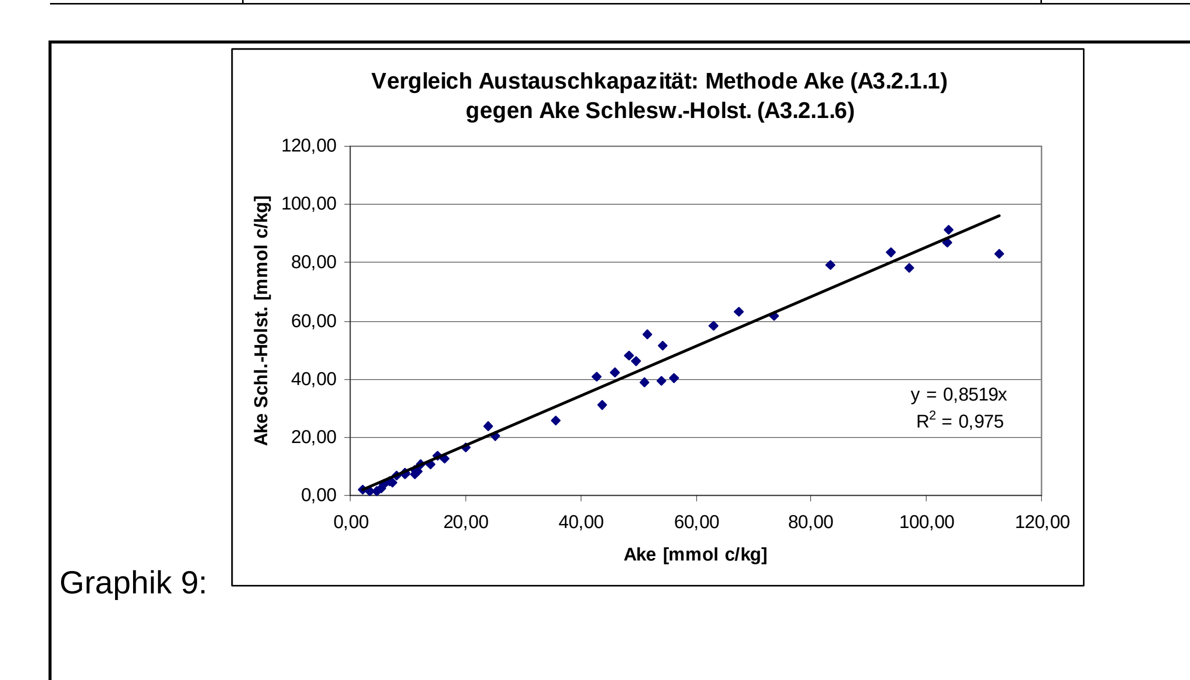




Vergleich Kalium: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
Ake [mmol c/kg]
y = 0,8934x
R2 = 0,9398
Graphik 3:
Vergleich Natrium: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg
Ake [mmol c/kg]
y = 1,0515x
R2 = 0,9788
Graphik 4:
Vergleich Aluminium: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
Ake [mmol c/kg]
y = 0,7901x
R2 = 0,9686
Graphik 5:



Vergleich Eisen: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
Ake [mmol c/kg]
y = 0,9252x
R2 = 0,9974
Graphik 6:
Vergleich Mangan: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
Ake [mmol c/kg]
y = 0,9496x
R 20,9973 =
Graphik 7:
Vergleich Protonen: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
Ake [mmol c/kg]
y = 1,0547x
R2 = 0,9597
Graphik 8:


Vergleich Austauschkapazität: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Schlesw.-Holst. (A3.2.1.6)
Ake Schl.-Holst. [mmol c/kg]
0,00
20,00
40,00
60,00
80,00
100,00
120,00
Ake [mmol c/kg]
y = 0,8519x
R^2 = 0,975

Graphik 9:

Boden Humus	effektive Kationen-Austauschkapazität (Ake Bayern)	Länder (BY)

Norm: ---	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AKe erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Dazu wird der Boden mit 0,5 M NH_4Cl ausgeschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,7 - 4,85 hat.

K Na Ca Mg Mn [Boden] Al Fe NH_4 H + 15 $NH_4^+ \rightarrow$ NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 [Boden] NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}

Die Kationenkonzentrationen im Extrakt werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!
Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Horizontalschütteltisch mit Spannvorrichtungen
100 ml PE- Weithalsflaschen mit Schraubverschluss
Membran-Vakuumfiltrationsanlage
Membranfilter Cellulosenitrat 0,45 µm

4. Chemikalien:

Ammoniumchlorid: NH_4Cl suprapur (z. B. Merck 101143)
konzentrierte HNO_3 p.a.

5. Lösungen:

0,5 M NH_4Cl-Lösung:	347,69 g NH_4Cl s.p. werden in eine 20-l-Vorratsflasche gegeben und mit Reinstwasser auf 13 l aufgefüllt. (die angesetzte NH_4Cl-Lösung reicht für die Extraktion von 100 bis 110 Bodenproben)
Spülsäure:	konz. HNO_3 wird mit $H_2O_{demin.}$ auf 1 %-ige Lösung verdünnt

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der NH_4Cl-Extrakte:

Für Mineralböden werden 5,00 ± 0,01 g und für Auflagen 2,50 ± 0,01 g der auf < 2 mm abgesiebten und bei 105 °C getrockneten Probe in die 100 ml PE-Flaschen eingewogen. Man setzt 100 ml der frisch angesetzten NH_4Cl-Lösung hinzu und spannt die verschraubten Flaschen liegend auf den Horizontalschütteltisch.
Die Proben werden 2 Stunden geschüttelt, 12 bis 18 Stunden stehengelassen und erneut für 30 Minuten geschüttelt. Beim Schütteln soll der gesamte Bodensatz in der Flasche bewegt werden.
Anschließend werden die Suspensionen über einen 0,45 µm Membranfilter in eine zweite, saubere 100 ml PE-Flasche filtriert und bis zur Messung bei 4 °C aufbewahrt (Filtrate sind rund eine Woche lang haltbar). Die Filtrationsapparaturen werden vor der Probenserie einmalig mit 1%-iger HNO_3 und mit Reinstwasser gespült. Vor jeder Probe erfolgt dann ein Vorspülen mit dem entsprechenden Probenextrakt.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,5 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c) Berechnung der Ak_e , der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Al^{3+}	= 8,99	Fe^{2+}	= 27,92
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_E} - 10^{-pH_L}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_E}}{0{,}88 * 10^{-5{,}85}}\right)}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_E	pH-Wert des Extraktes (Probe)
pH_L	pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Extrakt in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AK_e\ [\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl-Perkolation, Methode A3.2.1.1: siehe Anhang 1
Bei der rechnerischen Korrektur der Hydrolyse wird die H^+-Aktivität im Korrekturterm etwas anders berücksichtigt (vergleiche Berechnung unter Punkt 7). Die Unterschiede zwischen den Berechnungsformeln dieser Methode und denen der der HFA-Methode A3.2.1.1 sind in der Praxis vernachlässigbar

9. Literatur:

1. Ulrich, B. (1966): Kationenaustausch-Gleichgewichte in Böden. Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 113, 141 - 159

ANHANG 1

König, N. u. Schubert, A. (2014):
Vergleich der AKe-Bestimmung in Bodenproben zwischen den Methoden A3.2.1.7 (AKe Bayern) und A3.2.1.1 (AKe)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.7:**
   genaue Methodenbeschreibung siehe dort; extrahieren mit 0,5 M NH_4Cl

b. **A3.2.1.1:**
   genaue Methodenbeschreibung siehe dort; perkolieren mit 1 N NH_4Cl

2. Durchführung:

An 76 Bodenproben ohne Carbonat aus dem BZE I-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt und der Bayrischen Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft wurde die Austauschkapazität mit beiden genannten Methoden in 3-facher Wiederholung bestimmt.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es keine direkte Vergleichbarkeit, aber gute Korrelationen (Details siehe Tabelle 1 und Graphiken 1-9). Für die basischen Kationen sind die Ergebnisse beider Methoden recht gut vergleichbar und weichen nur um ca. +/- 10 % ab. Für Aluminium liegen die Minderbefunde mit der Extraktions-Methode bei etwa 25 %, für Eisen und Protonen bei ca. 30 % und für die Austauschkapazität bei knapp 15 %. Die Korrelationskoeffizienten liegen für alle Parameter zwischen 0,89 und 0,99.

4. Literatur:

---

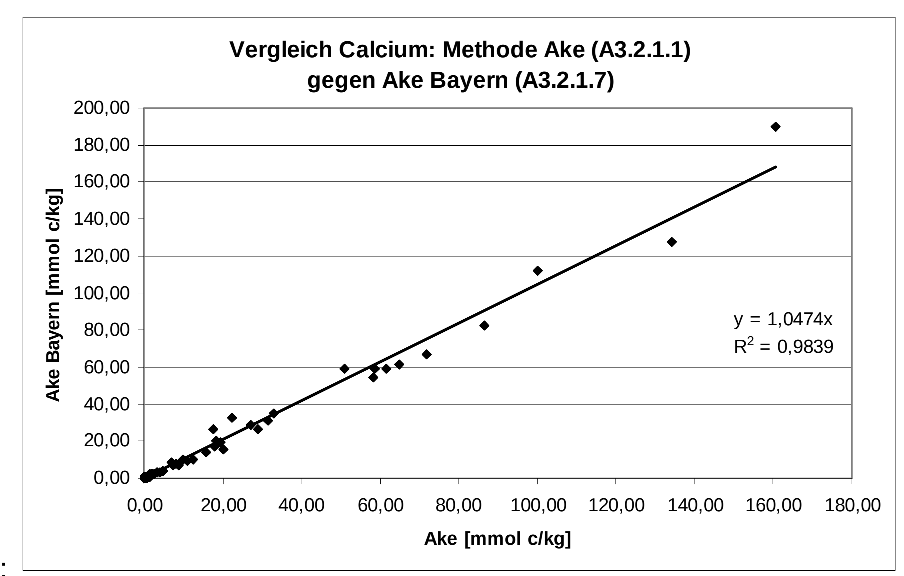
5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de
Bayrische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft, Hans Carl von Carlowitz-Platz 1, 85354 Freising; e-mail: uwe.blum@lwf.bayern.de

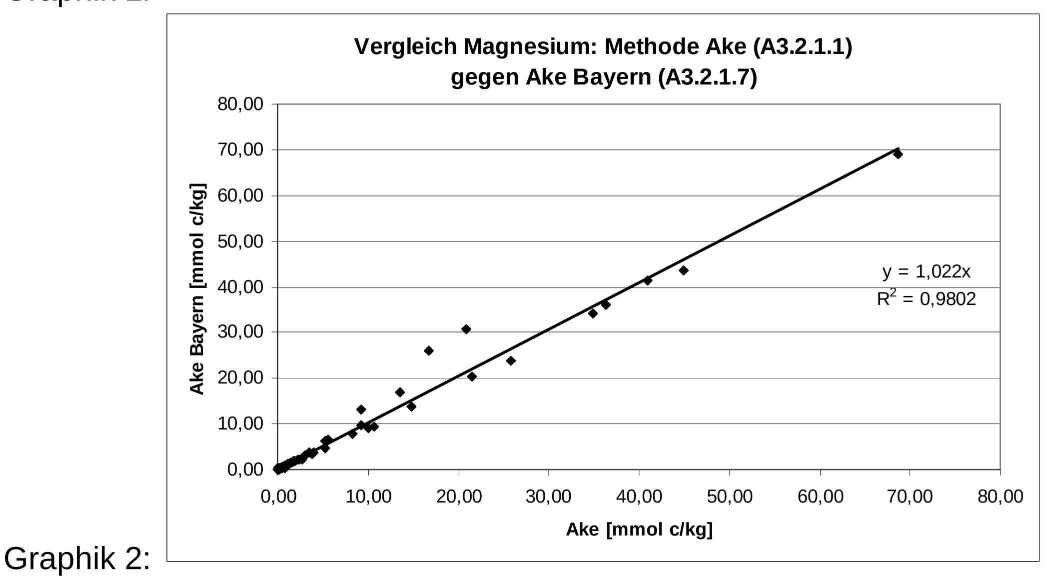
7. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1: Vergleich zwischen AKe (x-Achse) und AKe Bayern (y-Achse) (n=76; für Natrium n=30)

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)	
Element	Korr.-Koeff.	Steigung
Ca	0,98	1,05
Mg	0,98	1,02
K	0,97	0,94
Na	0,89	1,15
Al	0,97	0,76
Fe	0,96	0.71
Mn	0,99	0,90
H	0,96	0,71
AK	0,93	0,87




Graphik 1:



Graphik 2:

Graphik 3:

Vergleich Kalium: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 9,00); x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 9,00)

y = 0,9397x
R^2 = 0,9732

Graphik 4:

Vergleich Natrium: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 2,50); x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 2,50)

y = 1,1563x
R^2 = 0,8932

Graphik 5:

Vergleich Aluminium: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 140,00); x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 180,00)

y = 0,7586x
R^2 = 0,9738

Graphik 6:

Vergleich Eisen: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 35,00)
x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 35,00)

y = 0,7141x
$R^2 = 0{,}9554$

Graphik 7:

Vergleich Mangan: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 30,00)
x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 35,00)

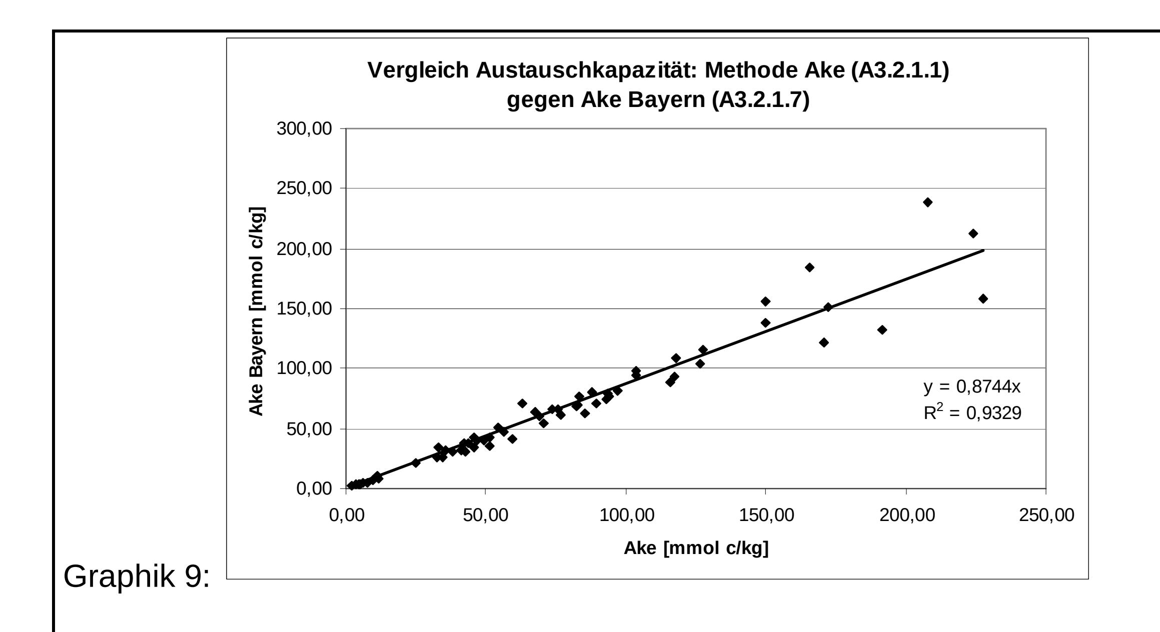
y = 0,9019x
$R^2 = 0{,}9907$

Graphik 8:

Vergleich Protonen: Methode Ake (A3.2.1.1) gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)

y-Achse: Ake Bayern [mmol c/kg] (0,00 – 30,00)
x-Achse: Ake [mmol c/kg] (0,00 – 40,00)

y = 0,707x
$R^2 = 0{,}9638$


Vergleich Austauschkapazität: Methode Ake (A3.2.1.1)
gegen Ake Bayern (A3.2.1.7)
Ake Bayern [mmol c/kg]
300,00
250,00
200,00
150,00
100,00
50,00
0,00
0,00
50,00
100,00
150,00
200,00
250,00
Ake [mmol c/kg]
y = 0,8744x
R2 = 0,9329

Graphik 9:

Boden Humus	effektive Kationen-Austauschkapazität (Ake Brandenburg / Mecklenburg-Vorpommern)	Länder (BB, MV)
Norm:	HBU:	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AKe erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Dazu wird der Boden mit 0,5 M NH_4Cl ausgeschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

K Na Ca Mg Mn		NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4	$+ Na^+ + K^+ + Ca^{2+}$
Boden	$+ 15\ NH_4^+ \rightarrow$	Boden	$+ Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+}$
Al Fe NH_4 H		NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4	$+ H^+ + Mg^{2+}$

Die Kationenkonzentrationen im Extrakt werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität.

Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muss die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!

Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!

Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung austauschbarer Kationen durch Extraktion mit 0,5 M Ammoniumchlorid-Lösung erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1989. Sie löste die Extraktion mit unterschiedlichen Extraktionsmitteln für die einzelnen Nährstoffe ab. Wenn die Ergebnisse zur Ermittlung der Kationenaustauschkapazität dienen sollen, ist die Methode nur an carbonatfreien Bodenproben anzuwenden.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können dadurch stören, dass sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und damit auch nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen.

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
Filterpapier (z.B. Grünband)

4. Chemikalien:

Ammoniumchlorid: NH_4Cl p.a.

5. Lösungen:

0,5 M NH_4Cl-Lösung: 133,7g NH_4Cl p.a. werden in einen 5l-Messkolben gegeben und mit demin. Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der NH_4Cl-Extrakte der Bodenproben:

10 g Mineralboden oder 2 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml 0,5 M Ammoniumchlorid-Lösung versetzt und die verschlossenen Gefäße eine Stunde in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Nach kurzem Absetzen wird über einen Kunststofftrichter mit hartem Papierfilter in 50 ml-PE-Gefäße filtriert.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,5 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten und bei Bestimmung mittels ICP ein Argonbefeuchter verwendet werden.

c) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (10,0 bzw. 2 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Eine Tabelle des Faktors F für verschiedene pH(p)-Werte findet sich im Anhang 1.

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:
AK_e [µmol$_c$/g] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A 3.2.1.1: Der Unterschied zur HFA-Methode A3.2.1.1 besteht in der Gewinnung der Extrakte. Im Gegensatz zur Perkolation mit 1 M NH_4Cl wird hier eine Schüttelextraktion mit 0,5 M NH_4Cl im Verhältnis Boden:Lösung von 1:10 und anschließender Filtration durchgeführt. Bisher ist die Vergleichbarkeit nicht geprüft worden, Abweichungen sind aber zu erwarten.
b) effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e Bayern), Methode A3.2.1.7: Der Unterschied zur HFA-Methode A3.2.1.7 besteht in der Gewinnung der Extrakte. Im Gegensatz zur Ake Bayern wird hier eine Schüttelextraktion mit 0,5 M NH_4Cl im Verhältnis Boden:Lösung von 1:10 statt 1:20 durchgeführt. Bisher ist die Vergleichbarkeit nicht geprüft worden, Abweichungen sind möglich.

9. Literatur:

2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
3. Trüby, P., Aldinger, E. (1989): Eine Methode zur Bestimmung austauschbarer Kationen in Waldböden. Z. Pflanzenernähr. Bodenk., 152 S. 301 - 306.

ANHANG 1

<u>Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte</u>
(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor
			4,6	18,8		4,1	57,2		3,6	179		3,1	563		2,6	1774
			4,59	19,2		4,09	58,5		3,59	1 83		3,09	576		2,59	1816
			4,58	19,6		4,08	59,9		3,58	187		3,08	590		2,58	1858
			4,57	20,1		4,07	61,3		3,57	192		3,07	604		2,57	1900
			4,56	20,5		4,06	62,7		3,56	196		3,06	618		2,56	1943
			4,55	21		4,05	64,1		3,55	201		3,05	632		2,55	1993
			4,54	21,4		4,04	65,6		3,54	205		3,04	647		2,54	2035
			4,53	21,9		4,03	67,1		3,53	210		3,03	662		2,53	2084
			4,52	22,4		4,02	68,6		3,52	215		3,02	677		2,52	2134
			4,51	22,9		4,01	70,2		3,51	220		3,01	693		2,51	2183
			4,50	23,4		4	71,8		3,5	225		3	709		2,5	2233
			4,49	23,9		3,99	73,5		3,49	230		2,99	721		2,49	2289
			4,48	24,4		3,98	75,1		3,48	235		2,98	743		2,48	2341
			4,47	25		3,97	76,9		3,47	241		2,97	757		2,47	2401
			4,46	25,5		3,96	78,6		3,46	246		2,96	778		2,46	2451
			4,45	26,1		3,95	80,4		3,45	252		2,95	792		2,45	2511
			4,44	26,7		3,94	82,3		3,44	258		2,94	813		2,44	2571
			4,43	27,3		3,93	84,2		3,43	264		2,93	827		2,43	2631
			4,42	27,9		3,92	86,2		3,42	270		2,92	848		2,42	2691
			4,41	28,5		3,91	88,1		3,41	276		2,91	870		2,41	2751
			4,4	29,2		3,9	90,1		3,4	283		2,9	891		2,4	2821
			4,39	29,8		3,89	92,2		3,39	289		2,89	912		2,39	2881
			4,38	30,5		3,88	94,3		3,38	296		2,88	933		2,38	2961
			4,37	31,2		3,87	96,5		3,37	303		2,87	954		2,37	3021
			4,36	31,9		3,86	98,7		3,36	310		2,86	976		2,36	3091
			4,35	32,6		3,85	101		3,35	317		2,85	997		2,35	3161
			4,34	33,4		3,84	103		3,34	325		2,84	1024		2,34	3241
			4,33	34,1		3,83	106		3,33	332		2,83	1046		2,33	3311
			4,32	34,9		3,82	108		3,32	340		2,82	1067		2,32	3391
			4,31	35,7		3,81	111		3,31	348		2,81	1095		2,31	3471
			4 3	36,5		3,8	113		3,3	356		2,8	1117		2,30	3551
4,8	12,2		4,29	37,3		3,79	116		3,29	364		2,79	1145		2,29	3631
4,79			4,28	38,2		3,78	118		3,28	373		2,78	1173		2,28	3721
4,78			4,27	39		3,77	121		3,27	381		2,77	1202		2,27	3801
4,77	13		4,26	39,9		3,76	124		3,26	390		2,76	1230		2,26	3891
4,76	13,3		4,25	40,8		3,75	127		3,25	399		2,75	1258		2,25	3981
4,75	13,6		4,24	41,7		3,74	130		3,24	408		2,74	1286		2,24	4071
4,74	13,9		4,23	42,7		3,73	133		3,23	418		2,73	1315		2,23	4171
4,73	14,2		4,22	43,9		3,72	136		3,22	430		2,72	1350		2,22	4271
4,72	14,5		4,21	44,7		3,71	139		3,21	438		2,71	1378		2,21	4371
4,71	14,8		4,20	45,1		3,70	142		3,20	448		2,70	1413		2,20	4471
4,7	15,1		4,19	46,7		3,69	146		3,19	458		2,69	1442		2,19	4571
4,69	15,5		4,18	47,3		3,68	149		3,18	469		2,68	1477		2,18	4681
4,68	15,8		4,17	48,9		3,67	152		3,17	480		2,67	1512		2,17	4791
4,67	16,1		4,16	50		3,66	156		3,16	491		2,66	1548		2,16	4901
4,66	16,5		4,15	51,1		3,65	159		3,15	502		2,65	1583		2,15	5001
4,65	16,8		4,14	52,3		3,64	163		3,14	514		2,64	1618		2,14	5131
4,64	17,2		4,13	53,5		3,63	167		3,13	526		2,63	1654		2,13	5251
4,63	17,6		4,12	54,7		3,62	170		3,12	538		2,62	1695		2,12	5371
4,62	18		4,11	56		3,61	175		3,11	551		2,61	1731		2,11	5501
4,61	18,4		4,10	57,2		3,60	179		3,10	563		2,60	1774		2,10	5621

Humus	Effektive Kationenaustauschkapazität in Humusauflagen (AKe Humus)	BZE (2)
Norm: ---	HBU: 11.8d	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der effektiven Austauschkapazität (AKe) in Humusproben erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Um einen vollständigen Austausch und gute Probenbenetzung zu erreichen, wird eine mit gereinigtem Sand gemischte Humusprobe mit einem Überschuss an Ba^{2+}-Ionen (0,1 mol/l $BaCl_2$-Lösung) perkoliert. Der Austausch findet bei humuseigenem pH statt, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.

K Na Ca Mg Mn		Ba^{2+} Ba^{2+} Ba^{2+} Ba^{2+}	$Na^{+} + K^{+} + Ca^{2+}$
Humus	$+ 8\ Ba^{2+} \rightarrow$	Humus	$+ Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+}$
Al Fe NH_4 H		Ba^{2+} Ba^{2+} Ba^{2+} Ba^{2+}	$+ NH_4^{+} + H^{+} + Mg^{2+}$

Die Kationenkonzentrationen werden im Perkolat gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Humusmenge ist die effektive Austauschkapazität (AKe).
Die Protonen-Konzentration, die in diese Summe eingeht, kann in erster Näherung aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Eine Veränderung der Protonen-Konzentration durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums kann vernachlässigt werden, da das Al nahezu vollständig mit Huminstoffen komplexiert vorliegt (GÖTTLEIN 1988, GÖTTLEIN 1998).
Auf die Bestimmung von austauschbarem NH_4^+ wird verzichtet. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter (MATSCHONAT u. MATZNER 1995)

2. Störungen:

Bei carbonathaltigen Humusproben (z. B. natürlich bedingt aufgrund von Bioturbation auf Kalkböden oder auch auf frischen Kalkungsflächen) werden die Carbonate teilweise aufgelöst. In diesen Fällen können die austauschbaren Anteile von Ca und Mg und damit die Basensättigung überschätzt werden (BLUM 2004).

3. Geräte und Zubehör:

10-ml-Einwegspritzen mit Luer-Anschluss als Perkolationssäulen
Glasfaservorfilter
PE-Messkolben 100 ml mit Stopfen oder PE-Flaschen 100 ml
Anlage zur Perkolation (siehe Anhang 1 oder alternativ Anhang 1 der Methode HFA A3.2.1.1)
Analysenwaage, Fehlergrenze 0,1 mg
Messkolben 5000 ml (Duran-Glas oder PE)

Anmerkung

a. Die im Anhang 1 beschriebene Apparatur entspricht einer vereinfachten Perkolationsapparatur nach Methode HFA A3.2.1.1. Für die Perkolation von

Humusproben können beide Varianten gleichermaßen eingesetzt werden.

4. Chemikalien:
Salpetersäure 65 % p. a.
Bariumchlorid-Dihydrat p. a.
gereinigter Quarzsand feinkörnig p. a.

5. Lösungen:
$BaCl_2$-Lösung, 0,1 mol/l: 122,14 g Bariumchlorid-Dihydrat werden in rund 4,5 Reinstwasser gelöst und mit Reinstwasser auf 5,00 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2 (Trocknung und Siebung)

7. Durchführung:
a) Befüllen der Perkolationssäulen:
Als Perkolationssäulen werden 10-ml-Kunststoff-Einmalspritzen verwendet.
1. Einlegen des unteren Glasfaserfilters:
Der Stempel der Spritze wird herausgezogen und herausgenommen. Auf die obere Öffnung der Spritze wird mittig ein Glasfaserfilter gelegt und mit dem Stempel der Spritze bis zum unteren Ende geschoben. Dabei stanzt der Stempel ein genau passendes Stück des Filters aus. Anschließend wird der Stempel der Spritze wieder entfernt.
2. Einfüllen der Proben:
Man legt zunächst etwa 1 cm reinen Quarzsand in die Spritze vor. Danach werden 1 g (max. 2 g) der gesiebten Humusprobe eingewogen und mit einem Spatel mit dem Sand vermischt (Filter dabei nicht beschädigen). Bei voluminösen Proben wird das Einwiegen in zwei Portionen mit weiterem Quarzsandzusatz aufgeteilt. Die Füllung muss soviel Quarzsand enthalten, dass sie praktisch hohlraumfrei ist und sollte am Schluss einen Abstand zum oberen Rand der Spritze von 2,5 cm nicht unterschreiten. Dieser Freiraum ist für eine gleichmäßige Verteilung der Perkolationslösung über der Säule notwendig.
3. Einlegen des oberen Glasfaserfilters:
Wie beim Einlegen des unteren Filters wird ein zweites Glasfaserfilter auf die obere Öffnung der Spritze gelegt und das ausgestanzte Stück mit dem Stempel der Spritze bis zur Oberkante der Füllung geschoben. Bei voluminösen Proben wird die Füllung mit dem Stempel leicht zusammengedrückt und verdichtet. Anschließend wird der Stempel der Spritze wieder entfernt. Das obere Glasfaserfilter verhindert später das Aufschwimmen der Humuspartikel während der Perkolation. Es ist wichtig, dass dieses Filter waagerecht (nicht schräg!) in der Spritze platziert ist.

Anmerkungen:
1. Aufgrund der geringen Einwaage von 1 bis 2 g ist auf eine gute Homogenisierung der Humusprobe zu achten.
2. Bei Na-armen Humusproben empfiehlt sich das Konditionieren (Vorspülen) der Glasfaservorfilter mit $BaCl_2$-Lösung.

3. Bei der Verfahrenseinführung in die Praxis empfiehlt es sich, die Messungen zunächst als Doppelbestimmungen durchzuführen. Nur durch die Doppelbestimmungen ist die Güte der Säulenpackungen und damit die Vollständigkeit der Benetzung und die Durchströmung kontrollierbar. Da die Herstellung der Säulenpackungen etwas Übung erfordert, ist dieser Zusatzaufwand anfangs nötig. Bei richtiger Arbeitsweise sollte die Differenz zwischen den Ionensummen (Ake) der Doppelbestimmung in der Größenordnung von 5 bis 10 % liegen. Erst wenn bei der Packung der Säulen eine entsprechende Erfahrung vorliegt und die Fehlerquote ausreichend niedrig ist, sollte die Messung in der Routine als Einzelbestimmung durchgeführt werden.

b) Gewinnung der $BaCl_2$-Perkolate:

Die Beschreibung der Bedienung der Perkolationsanlage bezieht sich auf die im Anhang dargestellte Apparatur. Gleichermaßen kann die in der Methode HFA A3.2.1.1 beschriebene Anlage funktionsentsprechend verwendet werden.

Nach dem Vorspülen der gesamten Apparatur mit $BaCl_2$-Lösung werden die mit Probe gefüllte Spritzenkartusche K an die Apparatur gehängt und sämtliche Schlauchverbindungen mit Ausnahme von S2 hergestellt. Der Hahn H wird geschlossen, die Schlauchklemme SK geöffnet und der Messkolben oder die Sammelflasche SF angeschlossen.
Man füllt 100 ml $BaCl_2$-Lösung in den Tropftrichter T und öffnet den Hahn H. Nachdem ca. 5 ml Lösung durch die Spritze gelaufen sind und die gesamte Probe durchweicht ist (Lösung tritt unterhalb der Spritze in den Schlauch), wird die Schlauchklemme SK geschlossen und die Schlauchverbindung S2 zur Pumpe hergestellt.
Um eine vollständige Benetzung der Probe zu gewährleisten, muss auf der Säulenpackung ein Überstand an Lösung sichtbar sein. Ggf. wird durch kurzes Anheben des Stopfens ST (Entlüftung) ein Lösungsüberstand über der Füllung hergestellt. Stopfen wieder fest einsetzen. Es ist wichtig, dass das obere Glasfaservorfilter waagerecht (und nicht schräg) in der Spritze fixiert bleibt. Andernfalls schwimmt die Probe u. U. seitlich des Filters nach oben auf.
Zum Starten der Perkolation wird die Schlauchklemme SK geöffnet und die Schlauchpumpe eingeschaltet. Zwischen der ersten Benetzung der Probe und dem Start der Perkolation darf höchstens 1 Stunde liegen, da sich die Humusprobe bei längeren Einweichzeiten irreversibel verändert und falsche Messwerte erhalten werden (BLUM 2004). Innerhalb von 4 Stunden werden die restlichen ca. 90 bis 95 ml $BaCl_2$-Lösung gleichmäßig durch die Spritze gepumpt. Dabei muss die Fließgeschwindigkeit mehrmals kontrolliert und eventuell durch Verstellen der Schlauchklemme oder des Anpressdruckes des Pumpenschlauches bzw. der Geschwindigkeit der Pumpe nachreguliert werden.
Anschließend wird die Spritze gut trockengesaugt, bis kein Perkolat mehr in den Messkolben oder die Sammelflasche SF läuft. Das Endvolumen im Messkolben wird durch entsprechendes Ergänzen mit frischer BaCl2-Lösung auf 100 ml aufgefüllt.
Der Messkolben wird verschlossen und das Perkolat bis zur Analyse bei 4 °C aufbewahrt (max. 5 Tage).

Anmerkungen:

1. Bei Proben, die schlecht benetzen und daher kurz nach Perkolationsbeginn noch nicht vollständig feucht sind, ist es ggf. nötig, die Perkolation kurz zu unterbrechen und die Probe in der Säule mit einem Spatel mit etwas $BaCl_2$-Lösung zu verrühren. Danach wird die Perkolation fortgesetzt.
2. Bei Verwendung von 100-ml-PE-Flaschen anstelle der Messkolben ist das Auffüllen auf 100 ml auch über eine Wägung möglich. Dazu bestimmt man vorher mittels 100 ml reiner $BaCl_2$-Lösung und des entsprechenden Flaschentypes die notwendige Gewichtssumme Flasche plus Perkolat. Bei diesem Vorgehen liegt der Volumenfehler erfahrungsgemäß bei weniger als ± 1 ml, der bei der Genauigkeit des Gesamtverfahrens durchaus toleriert werden kann.
3. Für die Elementbestimmungen (nicht für die pH-Messung!) kann zur Stabilisierung der Perkolate 1 ml Salpetersäure zugesetzt werden. Dadurch erhöht sich die Haltbarkeit auf mindestens 30 Tage bei Raumtemperatur.

c) Bestimmung der Elemente in den Perkolaten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentrationen werden indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass die pH-Werte sowohl in der reinen $BaCl_2$-Lösung als auch in den Perkolaten selbst sobald wie möglich bestimmt werden.

Element	**HFA Methode Teil D**
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkung:

1. Da die $BaCl_2$-Lösung immer Spuren vor allem an Na und K enthält, ist bei der Kalibrierung sowohl als Blindlösung als auch für die Matrixanpassung der Standards immer ein und derselbe Ansatz an $BaCl_2$-Lösung zu verwenden, der auch für die Perkolationen selbst eingesetzt wurde. Daher empfiehlt es sich, ggf. größere Chargen an $BaCl_2$-Lösung (10 oder 20 l) anzusetzen.

d) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

d1) Kationenäquivalente pro Gramm Humus:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Perkolat in mg/l
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Humusprobe in g
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Al^{3+}	8,99	Ca^{2+}	20,04	Fe^{3+}	18,62	K^{+}	39,10
Mg^{2+}	12,15	Mn^{2+}	27,47	Na^{+}	22,99	jeweils g/mol	

d2) Protonenäquivalente pro Gramm Humus:

$$IE = \frac{\left(10^{-pH_P} - 10^{-pH_0}\right) * V * 1000}{EW * 0{,}88}$$

IE	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung (5,6 einsetzen)
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Humusprobe (1 g einsetzen, siehe Anmerkung 1)

Anmerkung:

1. Die Pufferwirkung der Huminstoffe führt dazu, dass sich der pH-Wert nach der Perkolation bei Einwaage-Änderungen von 1 auf 2 g kaum verändert. Deshalb wird auch bei Einwaagen > 1 g (z.B. 1,5 oder 2 g) in der Formel stets mit 1 g Einwaage gerechnet.
2. Untersuchungen haben gezeigt, dass Al und Fe im Humus nicht direkt austauschbar, sondern fast ausschließlich an organische Komplexbildner gebunden sind. Daher liegt besonders Al in wässrigen Humusextrakten praktisch vollständig organisch komplexiert vor (GÖTTLEIN 1988, GÖTTLEIN 1998). Somit findet auch keine Hydrolyse der (nicht vorhandenen) Al-Hydrat-Komplexe der freien Al-Ionen statt, d. h. in diesen Perkolaten trägt das Al praktisch nicht zur Protonenkonzentration bei. In der Folge wird hier im Gegensatz zu den Methoden HFA A3.2.1.1 und A3.2.1.4 keine Al-Korrektur der ausgetauschten H^{+}-Anteile vorgenommen.

d3) AKe, Austauschazidität und Basensättigung:

Die AKe ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AKe [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Ca} + IE_{Fe} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Na} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

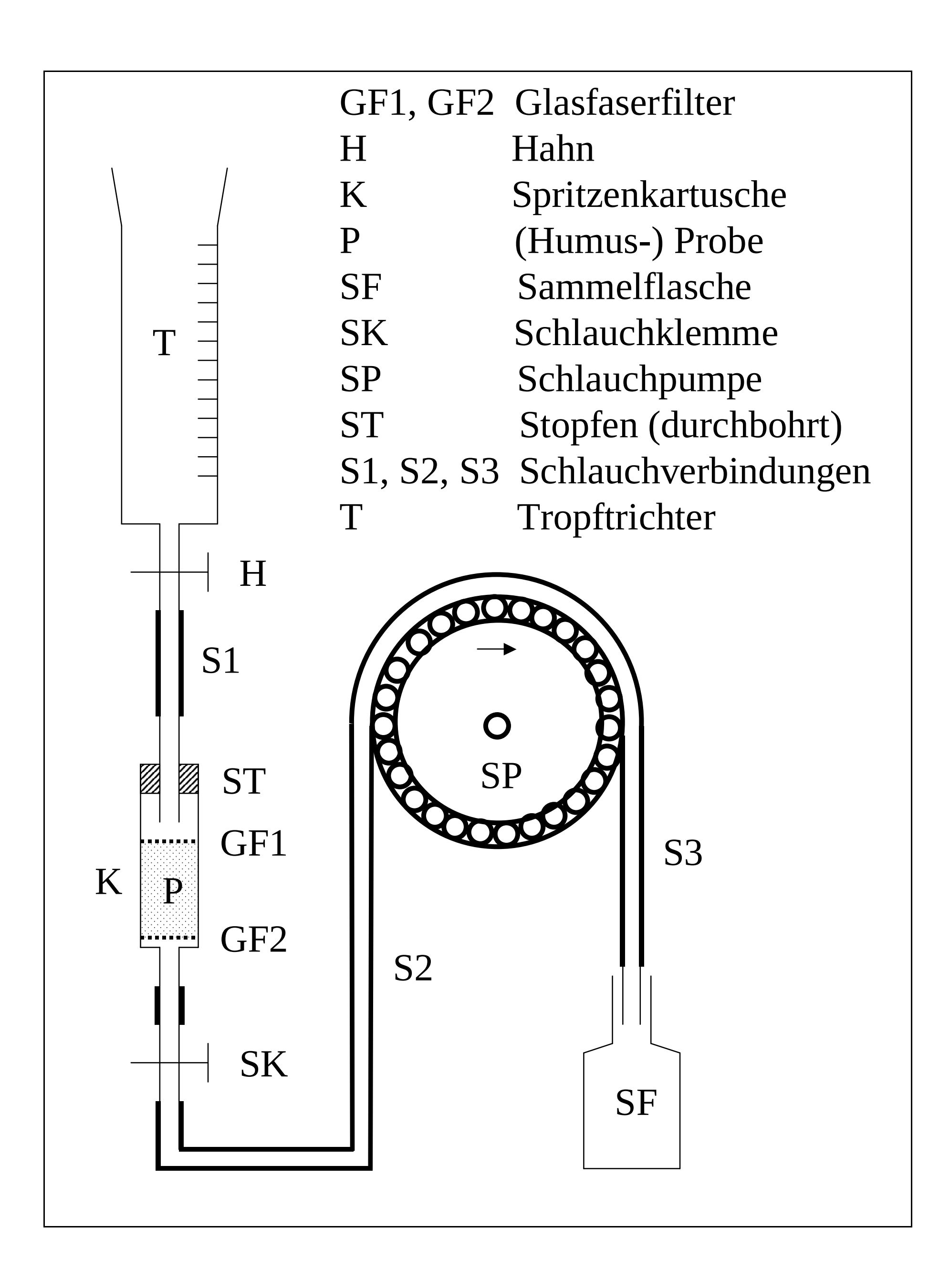
a) effektive Kationenaustauschkapazität (EU1) mit $BaCl_2$, Methode A3.2.1.3: siehe Anhang 2
b) Säureextrakte mit Königswasser, Methode A3.3.3 und mit Salpetersäure unter Druck, Methode A3.3.4: siehe Anhang 3.

9. Literatur:

1. Blum, U.: Abschlussbericht zum Projekt „Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung der austauschbaren Kationen in Humusauflagen (AKe-Humus)“, Bayerische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft, Freising, im Auftrage des Bundesministeriums für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, 2004
2. Göttlein, A.: Einfluss von saurer Beregnung und Kalkung auf wasserlösliche organische Stoffe eines Waldbodens unter Fichte, Dissertation, Ludwig-Maximilians-Universität München 1988
3. Göttlein, A.: Determination of free Al3+ in soil solutions by capillary electrophoresis, European Journal of Soil Science 49, page 107-112 (March 1998)
4. Matschonat, G. und Matzner, E.: Quantification of ammonium sorption in acid forest soils by sorption isotherms; Plant and Soil 168, page 95 ff. (1995)

ANHANG 1

Die Funktion der hier verwendeten Perkolationsapparatur ist im Text der Durchführung unter Abschnitt 7 b) beschrieben.



ANHANG 2

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der AK-Humus-Bestimmung in Humusauflagen zwischen den Methoden A3.2.1.9 (AKe Humus) und A3.2.1.3 (AKe EU 1)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.9:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; vermischen mit Quarzsand, perkolieren mit 0,1 M $BaCl_2$

b. **A3.2.1.3 (in Anlehnung an DIN ISO 11260):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; ausschütteln mit 0,1 M $BaCl_2$

2. Durchführung:

An 152 Humusproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurde die Austauschkapazität mit beiden genannten Methoden bestimmt.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es – bei großen Streuungen - eine gute Vergleichbarkeit. Für die untersuchten austauschbaren Kationen und die Ake liegen die prozentualen mittleren Abweichungen zwischen – 5 und + 20 % je nach Kation. Die Regressionskoeffizienten liegen je nach Kation bei R^2 = 0,73 bis 0,93.
Da wegen der Inhomogenität der gesiebten Humusauflagen die Streuungen auch innerhalb der beiden Methoden erheblich sind, können die beiden Methoden in erster Näherung als vergleichbar bezeichnet werden. (Details siehe Tabelle 1 und Graphiken 1-8)

4. Literatur:
---

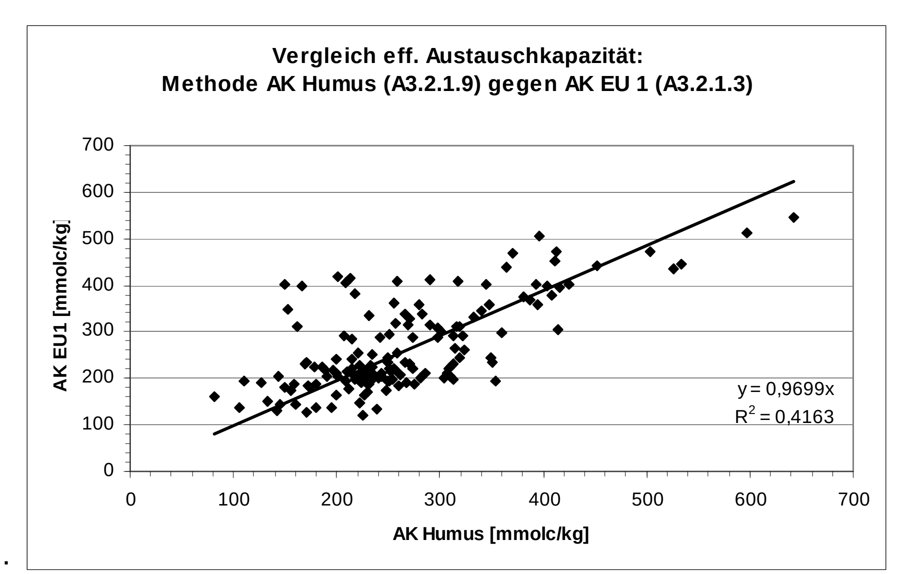
5. Durchführendes Labor:
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

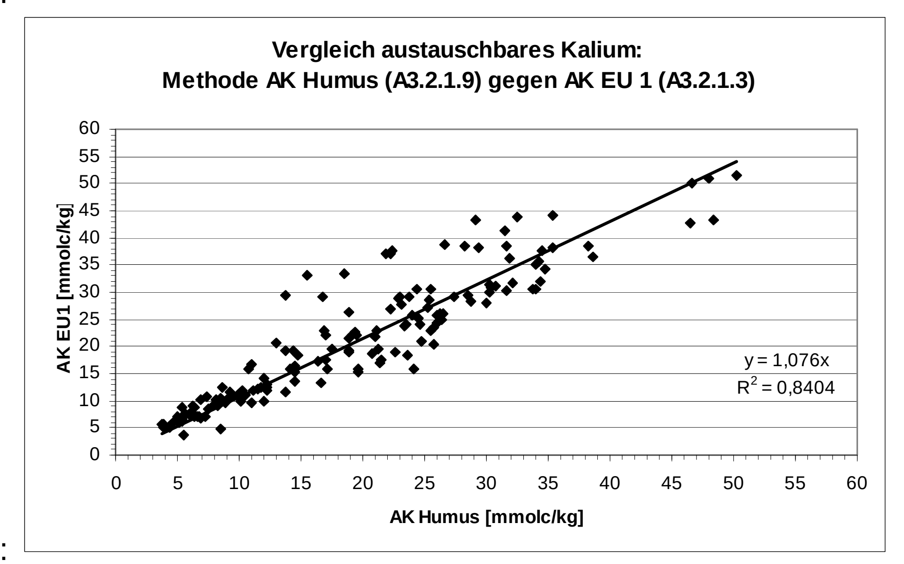
Tabelle 1: Vergleich zwischen AK Humus (x-Achse) und AK EU 1 (y-Achse) (n=152)

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)	
Element	Korr.-Koeff.	Steigung
Ca	0,73	1,07
Mg	0,85	1,11
K	0,84	1,08
Na	0,93	1,09
Al	0,84	1,23
Fe	0,82	1,07
Mn	0,84	1,20
AK	0,42	0,97

Graphik 1:



Graphik 2:



Vergleich austauschbares Natrium: Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AK Humus [mmolc/kg]
y = 1,0892x
$R^2 = 0,9328$

Graphik 3:

Vergleich austauschbares Calcium: Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AK Humus [mmolc/kg]
y = 1,0665x
$R^2 = 0,7341$

Graphik 4:

Vergleich austauschbares Magnesium: Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg]
AK Humus [mmolc/kg]
y = 1,11x
$R^2 = 0,8469$

Graphik 5:

Vergleich austauschbares Aluminium:
Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg] vs. AK Humus [mmolc/kg]

y = 1,2326x
R^2 = 0,8408

Graphik 6:

Vergleich austauschbares Eisen:
Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg] vs. AK Humus [mmolc/kg]

y = 1,0666x
R^2 = 0,824

Graphik 7:

Vergleich austauschbares Mangan:
Methode AK Humus (A3.2.1.9) gegen AK EU 1 (A3.2.1.3)

AK EU1 [mmolc/kg] vs. AK Humus [mmolc/kg]

y = 1,1956x
R^2 = 0,8394

Graphik 8:

ANHANG 3

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der Gehaltsbestimmungen in Humusauflagen zwischen den Methoden A3.2.1.9 (AKe Humus) und A3.3.3 (Königswasser-Extrakt) bzw. A3.3.4 (HNO_3-Extrakt unter Druck)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.2.1.9:**
   genaue Methodenbeschreibung siehe dort; vermischen mit Quarzsand, perkolieren mit 0,1 M $BaCl_2$
b. **A3.3.4:**
   genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Druckaufschluss mit Salpetersäure
c. **A3.3.3 (in Anlehnung an DIN ISO 11466):**
   genaue Methodenbeschreibung siehe dort; offener Aufschluss mit Königswasser (Salz- und Salpetersäure-Mischung 3:1)

2. Durchführung:

An 980 Humusproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die Austauschkapazitätsextrakte und die Salpetersäure- (770 Proben) bzw. Königswasserextrakte (210 Proben) gewonnen und die Elementgehalte bestimmt.

3. Ergebnisse:

Für die verfügbaren Nährstoffvorräte in einem Bodenprofil werden oftmals die austauschbaren Kationen für die Berechnung herangezogen. Da bei der BZE I noch keine austauschbaren Kationen im Humus bestimmt wurden, werden oft die Königswasser- oder Salpetersäure-extrahierbaren Kationen für die Vorratsberechnung im Humus verwendet. Daher wurden bei dieser Untersuchung die säureextrahierbaren Kationen mit den austauschbaren Kationen im Humus verglichen.
Die austauschbaren Kationen sind nicht direkt mit den säureextrahierbaren Kationen vergleichbar. Allerdings kann festgestellt werden, dass für die basischen Kationen und Mangan die Säureextrakte etwa die 1 ½- bis 2- fache Menge an Kationen extrahieren wie bei der Austauschkapazitätsbestimmung, während sie für Eisen und Aluminium die 20- bis 40-fache Menge extrahieren (siehe Graphiken 1 bis 7).
Insbesondere bei Proben mit hohem Mineralbodenanteil ist der säureextrahierbare Anteil deutlich höher. Daher wurde eine getrennte Auswertung mit den Proben vorgenommen, die mindestens 40 % Corg und maximal 20 % unlöslichen Rückstand beim Säureextrakt hatten.
Außerdem wurde eine differenzierte Auswertung nach Humushorizonten (Ol, Of, Oh) vorgenommen, aus der ersichtlich wird, für die basischen Nährstoff-Kationen Na, K, Ca und Mg der Gehalt von Oh<Of<Ol ansteigt und die Vergleichbarkeit von austauschbaren und säureextrahierbaren Kationen ebenfalls ansteigt.

4. Literatur:

---

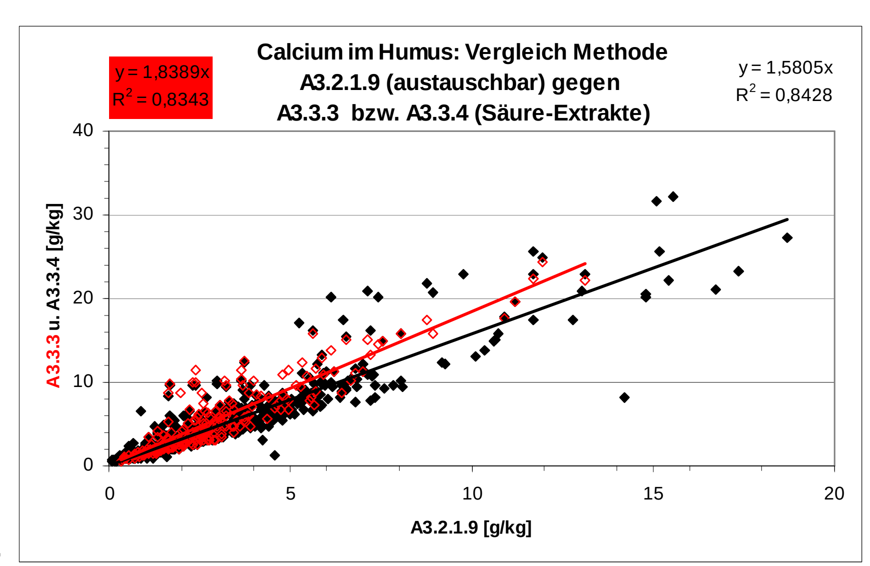
5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1: Vergleich zwischen Austauschkapazitätsextrakt (x-Achse) und Königswasser-Extrakt (rot) bzw. Salpetersäure-Extrakt unter Druck (schwarz) (y-Achse) an 430 (Salpetersäure-Extrakt) bzw. 130 (Königswasser-Extrakt) Humusproben, die mindestens 40 % Corg und maximal 20 % unlöslichen Rückstand beim Säureextrakt hatten (siehe Graphiken 1b bis 7b)

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)		
Element	Korr.-Koeff.	Steigung	Bemerkungen
Ca	0,76 / 0,79	1,98 /1,52	recht gute Korrelation, am besten in der Oh-Lage
K	0,32 /-0,17	1,34 / 1,46	mäßige Korrelation nur in der Ol-Lage
Mg	0,48 / 0,54	1,59 / 1,42	mäßige Korrelation, am besten in der Of-Lage
Na	0,70 / 0,29	1,41 / 1,30	mäßige Korrelation, am besten in Of-Lage
Mn	0,51 / 0, 81	2,37 / 1,64	mäßige Korrelation, am besten in der Oh-Lage
Al	-0,10 / 0,31	11,8 / 17,5	Keine Korrelation
Fe	0,32 / 0,44	34,4 / 36,7	sehr mäßige Korrelation, am besten in der Oh-Lage



Graphik 1a:

Graphik 1b:

Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,977x
R^2 = 0,7584

y = 1,5246x
R^2 = 0,7885

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

y-Achse: A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg] (0–40)
x-Achse: A3.2.1.9 [g/kg] (0–20)

Graphik 1c:

Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,3433x
R^2 = 0,7772

y = 1,6782x
R^2 = 0,9065

Oh

y-Achse: A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg] (0–40)
x-Achse: A3.2.1.9 [g/kg] (0–20)

Graphik 1d:

Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

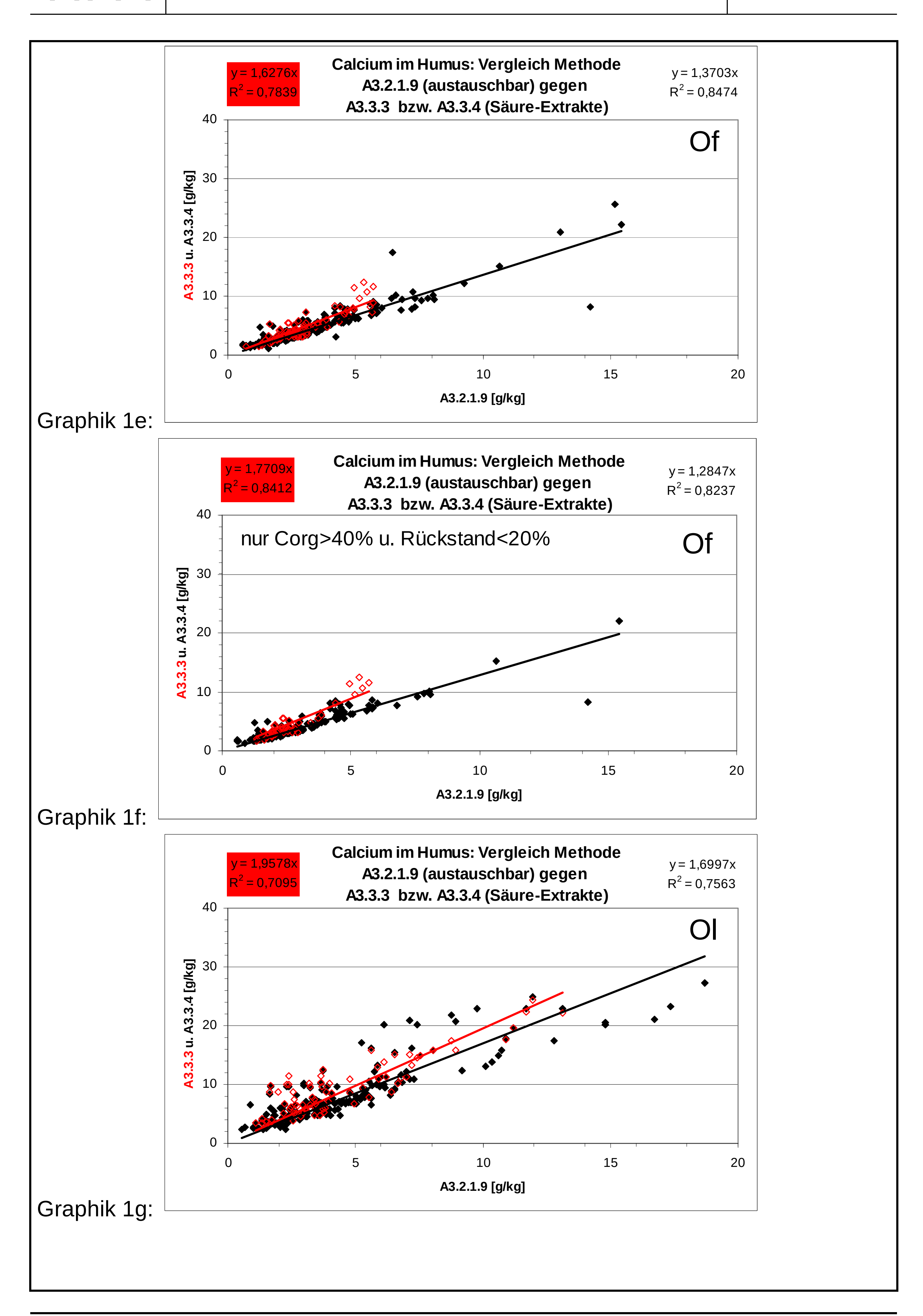
y = 1,5634x
R^2 = 0,9156

y = 1,3888x
R^2 = 0,891

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Oh

y-Achse: A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg] (0–40)
x-Achse: A3.2.1.9 [g/kg] (0–20)


y = 1,6276x
R2 = 0,7839
Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 1,3703x
R2 = 0,8474
Of
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]
Graphik 1e:
y = 1,7709x
R2 = 0,8412
Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 1,2847x
R2 = 0,8237
nur Corg>40% u. Rückstand<20%
Of
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]
Graphik 1f:
y = 1,9578x
R2 = 0,7095
Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 1,6997x
R2 = 0,7563
Ol
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]
Graphik 1g:

Graphik 1h:

Calcium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,0479x
R^2 = 0,6146

y = 1,6659x
R^2 = 0,7573

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2a:

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 3,1232x
R^2 = 0,4317

y = 2,5641x
R^2 = 0,4786

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2b:

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,5668x
R^2 = 0,4793

y = 1,4177x
R^2 = 0,5386

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,7613x
R^2 = 0,1926

y = 3,891x
R^2 = 0,7708

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2c:

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,3321x
R^2 = -7,6625

y = 2,1813x
R^2 = -0,6806

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2d:

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,7186x
R^2 = 0,6583

y = 1,7914x
R^2 = 0,5565

Of

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2e:

y = 1,7726x
R^2 = 0,8191

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4235x
R^2 = 0,621

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Of

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2f:

y = 3,5977x
R^2 = 0,42

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,3144x
R^2 = 0,2533

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2g:

y = 1,4981x
R^2 = 0,226

Magnesium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,3598x
R^2 = 0,6453

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 2h:

Graphik 3a:

Natrium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4458x
R^2 = 0,5062

y = 1,5651x
R^2 = -0,294

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

1
0,8
0,6
0,4
0,2
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 3b:

Natrium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4102x
R^2 = 0,7031

y = 1,3081x
R^2 = 0,2912

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

1
0,8
0,6
0,4
0,2
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 3c:

Natrium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4281x
R^2 = 0,6983

y = 2,225x
R^2 = -0,3836

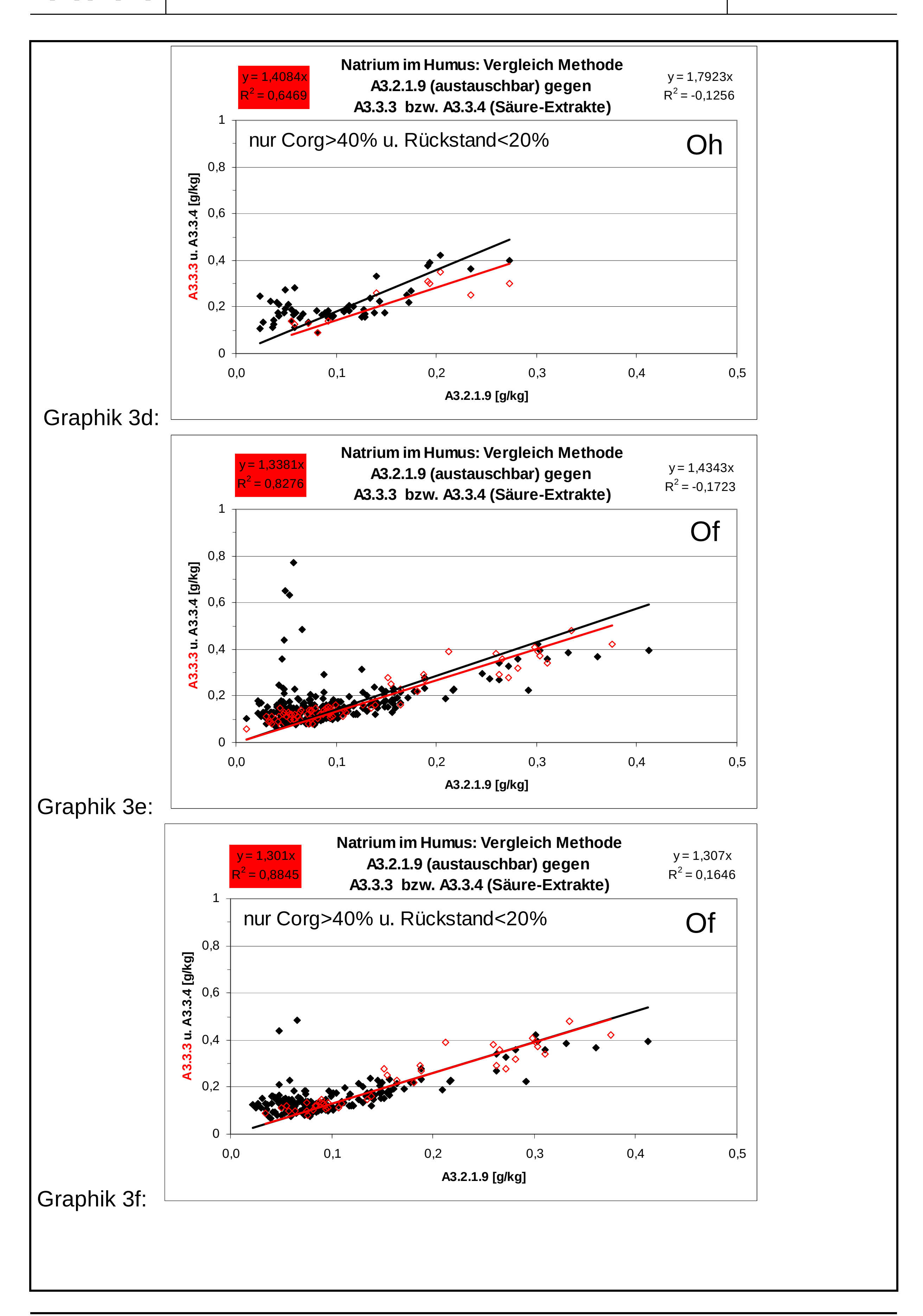
Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

1
0,8
0,6
0,4
0,2
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5

A3.2.1.9 [g/kg]



Graphik 3d:

Graphik 3e:

Graphik 3f:

Natrium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,6092x
R^2 = 0,339

y = 1,244x
R^2 = -0,0893

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 3g:

Natrium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,5466x
R^2 = 0,6508

y = 1,1717x
R^2 = 0,5629

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 3h:

Kalium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

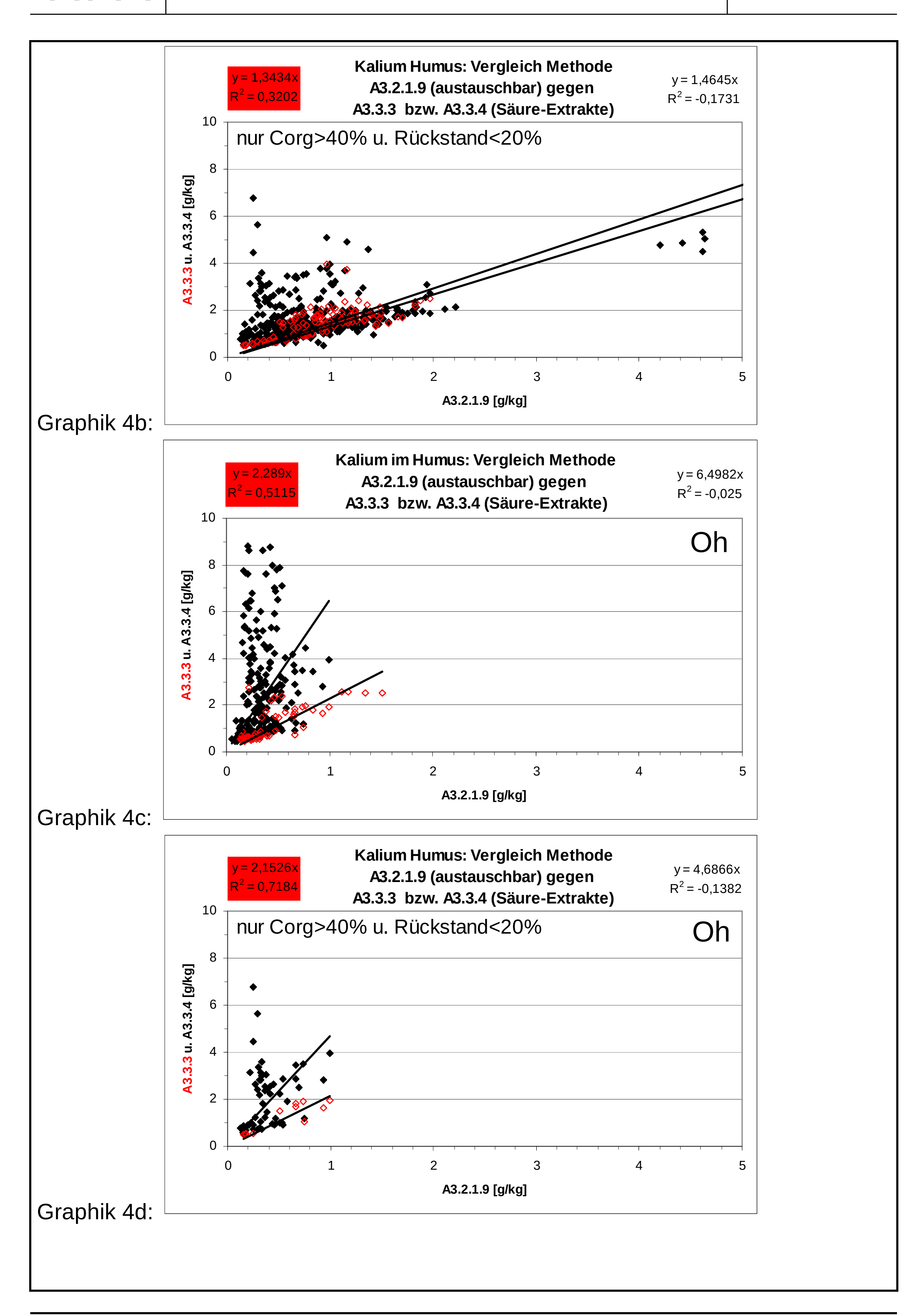
y = 1,486x
R^2 = 0,1819

y = 1,8367x
R^2 = -0,3894

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

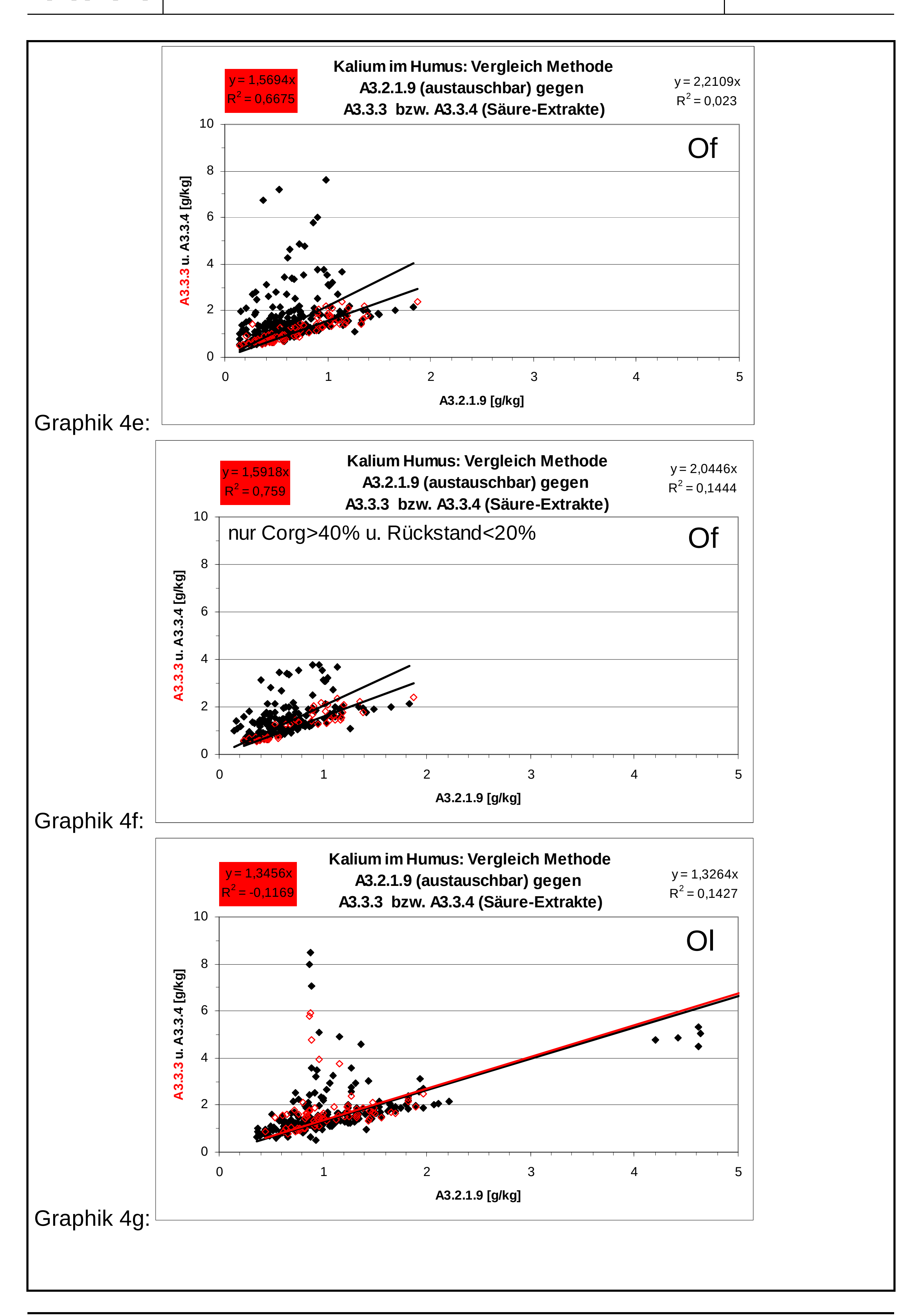
Graphik 4a:



Graphik 4b:

Graphik 4c:

Graphik 4d:



Graphik 4e:

Graphik 4f:

Graphik 4g:

Kalium Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,242x
R^2 = 0,1742

y = 1,2212x
R^2 = 0,5277

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 4h:

Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,2145x
R^2 = 0,6872

y = 1,6758x
R^2 = 0,7959

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 5a:

Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,3704x
R^2 = 0,5134

y = 1,6434x
R^2 = 0,8135

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 5b:

Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4379x
R^2 = 0,968

y = 1,6783x
R^2 = 0,7341

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 5c:

Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 1,4502x
R^2 = 0,9839

y = 1,3195x
R^2 = 0,9772

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 5d:

Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 2,1987x
R^2 = 0,8541

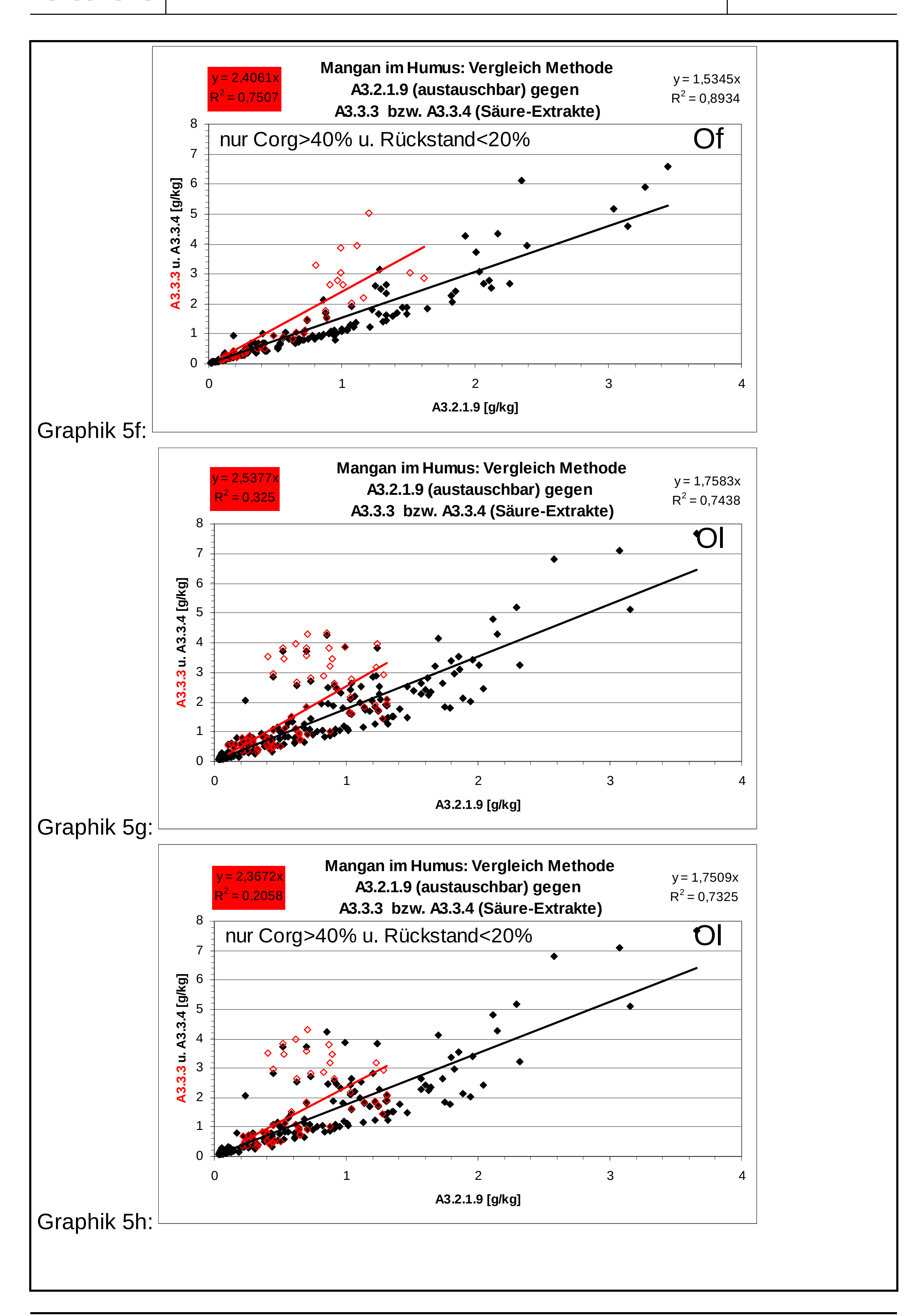
y = 1,5949x
R^2 = 0,8035

Of

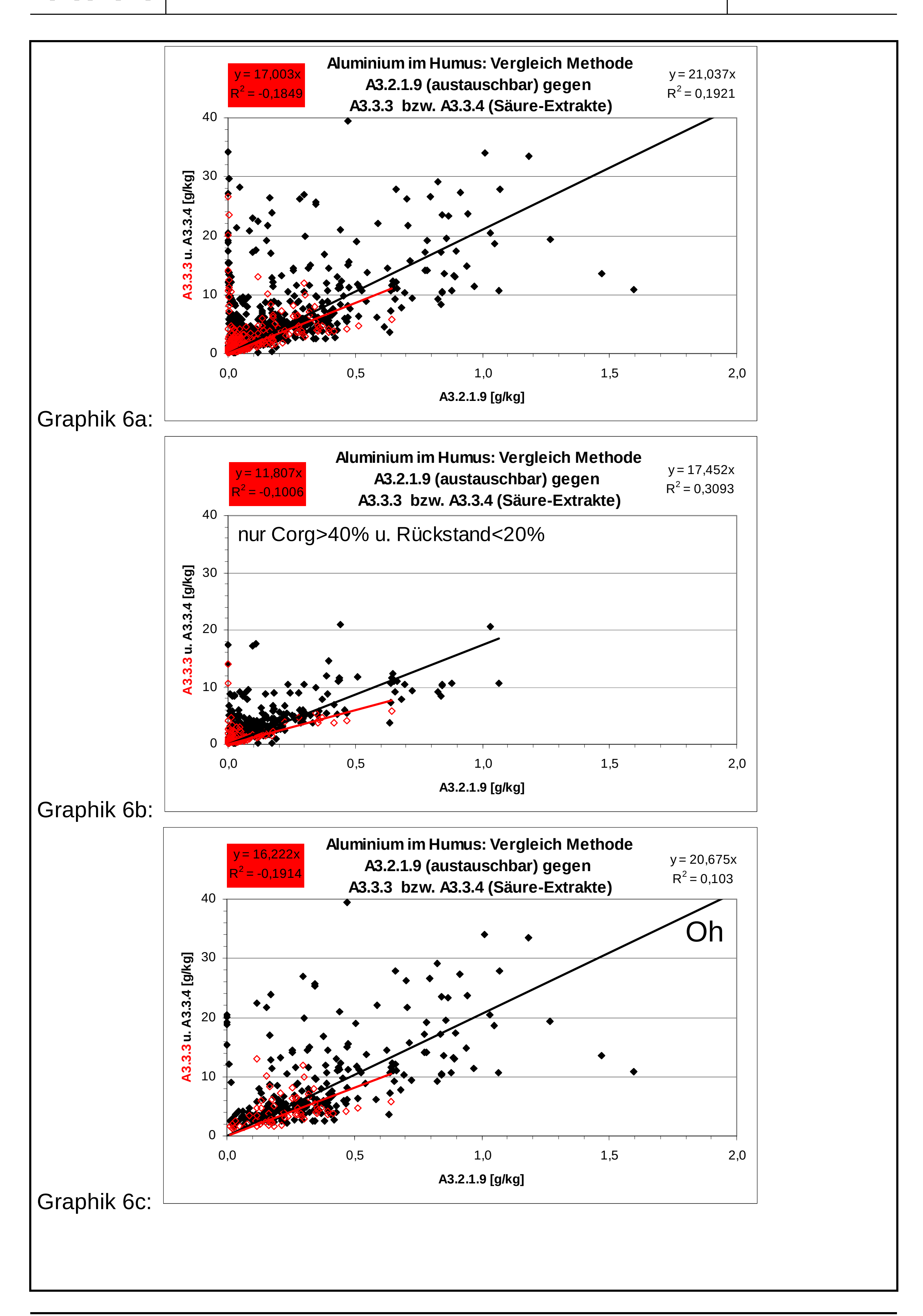
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 5e:



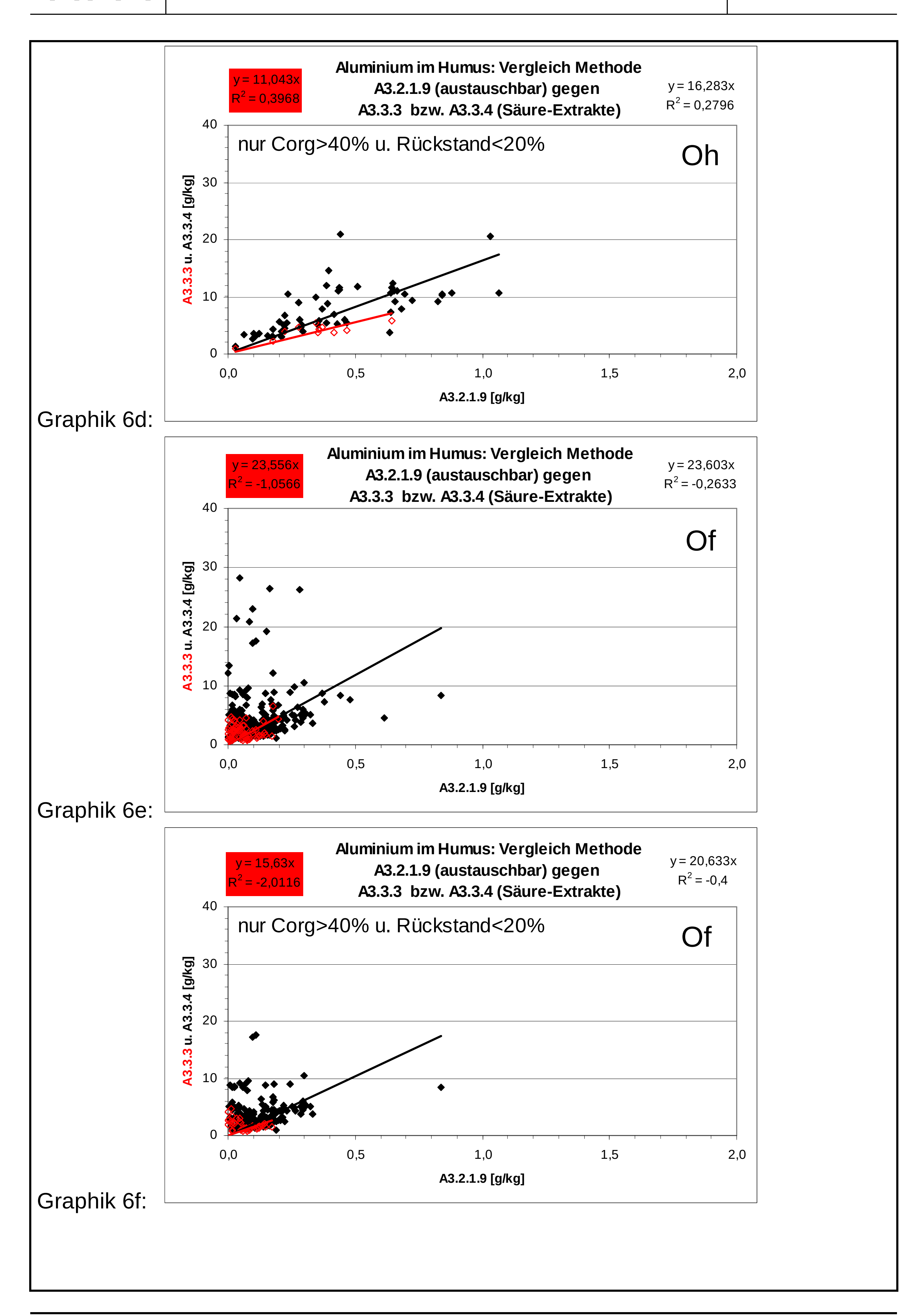
Graphik 5f:
Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 2,4061x
R² = 0,7507
y = 1,5345x
R² = 0,8934
nur Corg>40% u. Rückstand<20%
Of
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]
Graphik 5g:
Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 2,5377x
R² = 0,325
y = 1,7583x
R² = 0,7438
Ol
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]
Graphik 5h:
Mangan im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 2,3672x
R² = 0,2058
y = 1,7509x
R² = 0,7325
nur Corg>40% u. Rückstand<20%
Ol
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]



Graphik 6a:

Graphik 6b:

Graphik 6c:



Graphik 6d:

Graphik 6e:

Graphik 6f:

Graphik 6g:

Aluminium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 38,945x
R^2 = -0,2256

y = 40,6x
R^2 = -0,1937

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 6h:

Aluminium im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 20,683x
R^2 = -0,1879

y = 29,116x
R^2 = -0,1969

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Ol

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7a:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 47,572x
R^2 = -0,0728

y = 39,056x
R^2 = 0,0973

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

A3.2.1.9 [g/kg]

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 34,428x
R^2 = 0,3251

y = 36,775x
R^2 = 0,4421

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7b:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 47,77x
R^2 = 0,3085

y = 37,845x
R^2 = -0,0471

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7c:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 34,919x
R^2 = 0,6193

y = 34,253x
R^2 = 0,5831

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Oh

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7d:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 44,77x
R^2 = -1,1196

y = 44,298x
R^2 = -0,3761

Of

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7e:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 31,668x
R^2 = -1,9828

y = 39,828x
R^2 = -0,2974

nur Corg>40% u. Rückstand<20%

Of

A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7f:

Eisen im Humus: Vergleich Methode A3.2.1.9 (austauschbar) gegen A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)

y = 119,99x
R^2 = -0,2412

y = 96,301x
R^2 = -0,1458

Ol

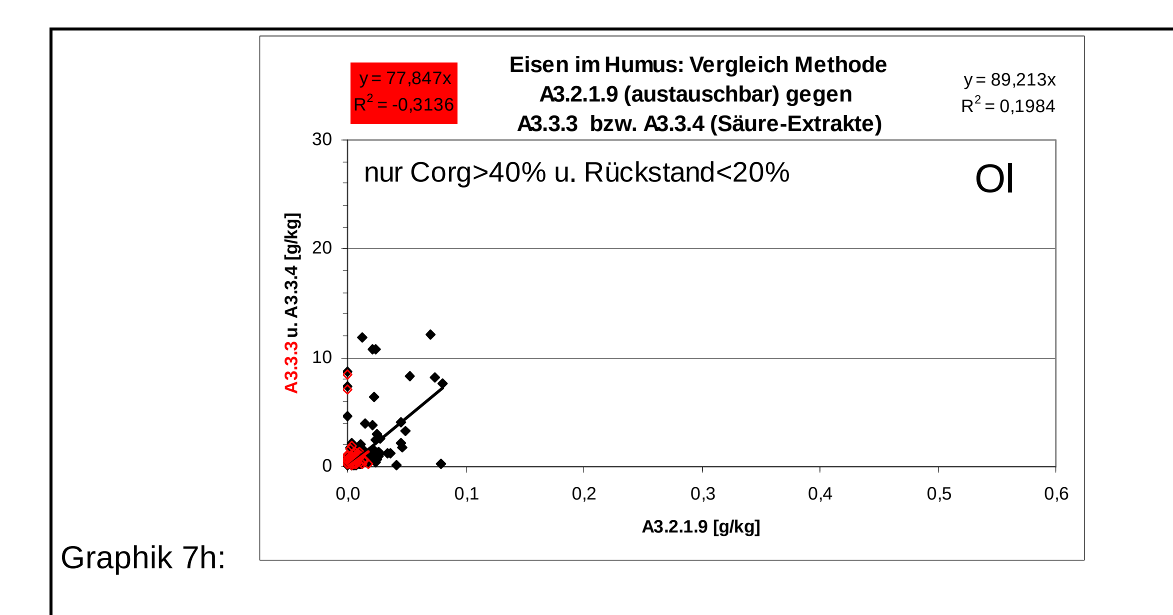
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]

30
20
10
0

0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6

A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7g:


y = 77,847x
R^2 = -0,3136
Eisen im Humus: Vergleich Methode
A3.2.1.9 (austauschbar) gegen
A3.3.3 bzw. A3.3.4 (Säure-Extrakte)
y = 89,213x
R^2 = 0,1984
nur Corg>40% u. Rückstand<20%
Ol
A3.3.3 u. A3.3.4 [g/kg]
A3.2.1.9 [g/kg]

Graphik 7h:

Boden	Austauschkapazität des Bodenskeletts (AK_e Skelett)	BZE 2

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Austauschkapazität des Bodenskeletts erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung an einer definierten Grobbodenfraktion (2 – 6,3 mm) und der anschließenden Hochrechnung auf alle Grobbodenfraktionen.
Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird mit der Grobbodenfraktion 2-6,3 mm ein 24-stündiger Batch-Ansatz mit großem Überschuss an NH_4^+-Ionen (1 M NH_4Cl-Lösung) durchgeführt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

K Na Ca Mg Mn
Grobboden
Al Fe NH_4 H
$+ 15\ NH_4^+ \rightarrow$
NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4
Grobboden
NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4 NH_4
$+ Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}$

Die Kationenkonzentrationen in der abfiltrierten Batch-Ansatz-Lösung werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Grobbodenmenge wird als effektive Austauschkapazität der Grobbodenfraktion 2-6,3 mm bezeichnet.

Die effektive Austauschkapazität des gesamten Bodenskeletts bis 63 mm wird auf der Basis dieses Ergebnisses unter Einbeziehung der Korngrößenverteilung und des Skelettgehaltes anhand der in Abschnitt 7d gegebenen Funktionen errechnet. Größere Korngrößenfraktionen werden aufgrund ihres geringen Beitrags an der AKe vernachlässigt.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!

Der Beitrag des Bodenskeletts am Elementvorrat des Gesamtbodens ist nach bisherigem Stand des Wissens nur bei skelettreichen Standorten nährstoffarmer Bodenausgangsgesteine ökochemisch relevant. Die Methode wird deshalb nur bei Böden mit einem Skelettanteil von >15 % im Unterboden für folgende Gesteinsgruppen angewendet:

Kurzzeichen (BZE-Anleitung)	**Bezeichnung**
100	saure magmatische Festgesteine
400	saure metamorphe Festgesteine
510	Metapelite und Schiefer
520	dunkle Gneise und Paragneise
700 (außer 770)	carbonatfreie silikatische Festgesteine (ohne Tonstein)

Anmerkungen:

1. Böden der **Gesteinsgruppe 200** (intermediäre magmatische Festgesteine) wurden bisher nicht untersucht, können aber grundsätzlich nicht ausgeschlossen werden.
2. Bei bisher untersuchten Böden der **Gesteinsgruppe 930** (carbonatfreie Gletscherablagerungen) zeigte sich aufgrund der geringen Skelettgehalte (<30%) und der niedrigen AK_e keine Erfordernis zur Erfassung der $AK_{e\ Skelett}$. Bei Böden mit Skelettgehalten von >50% mit Schichtmächtigkeiten von >0,5 m innerhalb 1 m Bodentiefe wird eine Bestimmung der $AK_{e\ Skelett}$ empfohlen.

2. Störungen:

Aufgrund der geringen Anteile organischer Substanz an der Skelettfraktion, die sich im Wesentlichen auf eine Huminstoff-Ummantelung bei Oberbodenproben beschränkt, ist nicht von Störungen durch Komplexbildungsreaktionen auszugehen.

3. Geräte und Zubehör:

Prüfsieb 6,3 mm und 2 mm
Ultraschallbad (240-300 W, 35 KHz)
Schüttelmaschine
Blauband-Filter(Ø 90 mm)
Kunststoff-Trichter
Probenflaschen (PE, 100ml)
Exsikkator

4. Chemikalien:

NH_4Cl, p.a.

5. Lösungen:

1 M NH_4Cl-Lösung: 534,9 g NH_4Cl p.a. werden in eine 10 l-Vorratsflasche gegeben und auf 10 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

Von der zurückbleibenden ungereinigten Grobbodenfraktion (>2 mm) werden durch Siebung mit einem 6,3 mm-Sieb ca. 70 g Grobbodenmaterial der Fraktion 2-6,3 mm je Probe gewonnen.

Anschließend muss diese Grobbodenfraktion durch Entfernung des anhaftenden Feinbodenmaterials gereinigt werden. Dabei sollte die mechanische Belastung der mineralischen Oberfläche der Steine so gering wie möglich sein. Das Skelettmaterial wird dazu in einem PE - Behälter mit $H_2O_{dest.}$ überdeckt und über Nacht auf einer Schüttelmaschine gewaschen. Unabhängig von Typ des Schüttlers und der Form des Gefäßes ist die Frequenz der Bewegung so einzustellen, dass die wässrige Suspension maximal bewegt wird, ohne eine mechanische Belastung der Skelettpartikel durch gegenseitige Reibung zuzulassen.

Danach wird das Probenmaterial im Ultraschallbad 15 s einer Energie von 240-300 W bei 35 KHz ausgesetzt. Anschließend wird das Bad über ein 2 mm-Sieb ausgegossen und die im Sieb aufgefangenen Steine mit $H_2O_{demin.}$ nachgespült.

Ist bei Proben mit bindigem Feinboden nach dieser Prozedur die Oberfläche einzelner Minerale noch deutlich von Feinboden überzogen, wird der oben beschriebene Vorgang wiederholt. Bei bereits stark verwittertem Gesteinen mit schwach bindigem Feinboden (z. B. Sandstein) wird auf eine Ultraschallanwendung verzichtet, soweit das Bodenskelett bereits nach dem Waschen mit $H_2O_{demin.}$ frei von anhaftendem Feinboden ist.

Anmerkungen:

1. Ein günstiger Reinigungseffekt wird bei gängigen Horizontal-Schüttelmaschinen mit einer Frequenz von ca. 80 rpm erreicht.
2. Grundsätzlich ist zu berücksichtigen, dass Gesteine mehr oder weniger kontinuierlich zu Feinboden verwittern. So können Steine mit leicht verwitterbaren Mineralen bereits eine Feinbodenverwitterung in Fissuren *innerhalb* des Gesteinsverbandes aufweisen, die zur Skelettphase gehörend aufgefasst wird. Daher kann bei der Reinigung des Grobbodens nicht zwingend eine absolut vollständige Trennung von seiner Feinbodenummantelung erfolgen.
3. Falls die Grobbodenfraktionen > 6,3 mm nicht in anderem Zusammenhang (z.B. HFA-Methode A2.8) ermittelt werden, müssen sie hier durch Sieben bestimmt werden. Nach Möglichkeit sollten die Fraktionen (in Klammern = mittlerer Durchmesser der Fraktion) 6,3 - 12,5 (9,4), 12,5 - 20 (16,2), 20 - 35 (27,5) und 35 - 63 (49) mm bestimmt werden.

7. Durchführung:

a) Gewinnung der Extrakte und Bestimmung der Grobbodenmasse:

Etwa 20 g des gereinigten Grobbodens der Korngröße 2 - 6,3 mm werden in eine 100 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 1 M NH_4Cl-Lösung versetzt. Nach 24-stündigem Stehen wird der Überstand durch einen Trichter mit gespültem Blaubandfilter in eine PE-Flasche abfiltriert.

Das Grobbodenmaterial wird in eine Glasschale überführt, mit Wasser gespült, um anhaftendes NH_4Cl zu entfernen, bei 105°C getrocknet und nach Abkühlung im Exsikkator gewogen.

Anmerkungen:

1. Um Einträge (insbesondere Ca-Freisetzung) aus den Blauband-Filtern auszuschließen, werden diese vor ihrer Verwendung für 30 min in der NH4Cl-Lösung konditioniert. Für jeden Extraktionsansatz werden Blindwerte ermittelt, die bei relevanten analysierten Gehalten berücksichtigt werden.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**

Auf die Bestimmung der Protonen wird verzichtet, da ihr Anteil an der AKe Skelett sehr gering ist.

Anmerkungen:
1. Es ist zu beachten, dass die 1 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Batch-Ansätze einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c) Berechnung der Austauschkapazität der analysierten Grobbodenfraktion:
c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW exakte Einwaage der Skelettprobe in g (ca. 20 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:
Na^+ = 22,99 Ca^{2+} = 20,04 Fe^{3+} = 18,62 Al^{3+} = 8,99
K^+ = 39,10 Mg^{2+} = 12,16 Mn^{2+} = 27,47

c.2.) Berechnung der AK_e:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:
AK_e [$\mu mol_c/g$] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe}$

d) Berechnung der Austauschkapazität des Gesamt-Skeletts.

d.1.) Berechnung der relativen AKe-Anteile der verschiedenen Durchmesserbereiche:

Mit zunehmendem Partikeldurchmesser nimmt die $AK_{e\ Skelett}$ für die erfassten Korngrößenklassen ab. Deshalb müssen die relativen AK_e-Anteile der verschiedenen Korngrößenklassen im Bezug zur Korngrößenklasse 2 - 6, 3 mm ermittelt werden. Dies geschieht nach folgender Formel:

$y_i = a * d_i^c + f$ (1) ; wobei

y_i relative AK_e (Anteil der AK_e eines bestimmten Durchmesserbereiches von der AK_e bei Durchmesserklasse 2 - 6,3 mm; somit: $y_1 = y_{2\text{-}6,3} = 1$)

a, c, f vom Bodenausgangsgestein abhängige, konstante Parameter (siehe Tabelle unten)

d_i mittlerer Durchmesser der i-ten Korngrößendurchmesserklasse

i Nummer der Durchmesserklasse

Die Parameter a, c und f werden nach drei Gruppen differenziert. Sie werden entsprechend der nachfolgenden Tabelle in die Funktion eingefügt und damit die relative AK_e für die Mittel der Skelettdurchmesserklassen ermittelt.

Gesteinsgruppen (nach BZE-Arbeitsanleitung)	**a**	**c**	**f**
Plutonite (110)	3,862	-0,073	-2,466
Vulkanite, saure Metamophite, dunkle Gneise und Sandsteine) (120, 400, 520, 710)	2,850	-0,192	-1,168
Schiefer und Silikatgesteine (außer Sand- und Tonstein) (510, 720 – 760)	2,563	-0,349	-0,559

Anmerkung:

1. Zur genauen Bestimmung der AKe Skelett wird eine Erfassung der in Abschnitt 6, Anmerkung 3 angegebenen Durchmesserklassen empfohlen. Der Beitrag größerer Korngrößenfraktionen kann vernachlässigt werden.

d.2.) Berechnung der Gesamt-AKe des Skeletts:

Für die Berechnung der Gesamt-Ake des Skeletts werden zunächst die relativen Werte der Ake (y_i) mit dem relativen Massenanteil innerhalb jeder Durchmesserklasse multipliziert und für die ermittelten Durchmesserklassen aufsummiert. Diese Summe wird mit der ermittelten AK_e für die Klasse 2 – 6,3 mm multipliziert.

Die AK_e des Skeletts bis 63 mm in µmol$_c$/g mit n unterteilten Durchmesserklassen errechnet sich also aus:

$$AKe_{2\text{-}63\,mm} = AKe_{2-6,3mm} * \sum_{i=1}^{n} (y_i * g_i) \quad (2)$$

g_i relativer Anteil der Masse der i-ten Durchmesserklasse am Skelett bis 63 mm

n Anzahl der Durchmesserklassen

Die Berechnung der Gehalte einzelner Kationen erfolgt analog.

Im Anhang 1 ist eine Beispielrechung durchgeführt.

Bei der Berechnung von Gesamtbodengehalten ist der Skelettanteil mit dem Skelettgehalt des untersuchten Korngrößenbereiches zu gewichten.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

1. Diese Methode wurde anhand eines repräsentativen Probenkollektivs basenarmer Waldstandorte (n=25) mit Ergebnissen zur Bestimmung der AK in einer offenen Perkolationsanlage zur Simulation natürlicher Fließbedingungen (HILDEBRAND 1991, BMELF 1994) abgeglichen. Hierbei wurde das gewaschene Skelettmaterial in chemisch inertem Quarzsand eingebettet und im Bereich natürlicher Saugspannung perkoliert (HEISNER et al. 2004).

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft (2005): Arbeitsanleitung für die zweite bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE II), Bonn.
2. Heisner U., Raber B., Hildebrand E. E. (2004): The importance of the skeleton for plant available nutrients in forest sites of the Southern Black Forest. Eur. J. Forest Res. **123**, 249-257.
3. Hildebrand E. E. (1991): Die chemische Untersuchung ungestört gelagerter Waldbodenproben. Methoden und Informationsgewinn. Projekt Europäisches Forschungszentrum für Maßnahmen zur Luftreinhaltung. Forschungsbericht KfK-PEF **85**, 201 S.
4. Kern M., Raber B., Hildebrand E.E. (2006): Verfahren zur Ermittlung des Nährelementpotenzials des Gesamtbodens unter besonderer Berücksichtigung des Bodenskeletts und deren Integration in die Bodenzustandserhebung im Wald. Abschlussbericht zum Forschungsprojekt 04HS024, Institut für Bodenkunde der Universität Freiburg. *in Bearbeitung*.

ANHANG 1

Beispielrechnung:

Bei einem Granit-Standort wurden die Korngrößenfraktionen (in Klammern = mittlerer Durchmesser der Fraktion) 2 – 6,3 (4,2), 6,3 - 12,5 (9,4), 12,5 - 20 (16,2), 20 - 35 (27,5) und 35 - 63 (49) mm getrennt und die relativen Massenanteile am Skelett bis 63 mm für alle 5 Klassen ermittelt.

Die relativen Massenanteile waren für alle Klassen 0,2.

Die Analyse der $AK_{e\ 2\text{-}6{,}3mm}$ ergab 5 $\mu mol_c/g$.

Die Faktoren a, c und f für Granit sind

a = 3,872

c = -0,073

f = -2,466

Die Werte der relativen AK_e (y_i) ergeben sich durch Einsetzen der mittleren Korngrößendurchmesser und der Konstanten in (1):

$y_1 = 1$

$y_2 = a * d_2^{\,c} + f = 3{,}862 * 9{,}4^{-0{,}073} + (-2{,}466) = 0.81$

y_3 = usw.

Die Gesamt- AK_e errechnet sich nach (2):

$AK_e = (y_1 * 0{,}2 + y_2 * 0{,}2 + \ldots + y_5 * 0{,}2) * 5\ \mu mol_c/g$

$= 0{,}2 * (1 + 0{,}81 + 0{,}68 + 0{,}54 + 0.43) * 5\ \mu mol_c/g$

$= 0{,}692 * 5\ \mu mol_c/g = 3{,}46\ \mu mol_c/g$

Boden Humus	Wässrige Extrakte	BZE Level I+II Länder

Die Zusammensetzung der natürlichen Bodenlösung wird zum einen durch diverse Austausch- und Adsorptionsreaktionen der Ionen und Stoffe zwischen Boden und Bodenlösung bestimmt und zum anderen durch den Fluß des Wassers durch das Porensystem des Bodens.
In strukturierten Böden ist der Wasser- und Stofftransport vorrangig auf die groben Makroporen (= Interaggregatporen) beschränkt, während das feinporige Intraaggregatporensystem nur zu einem sehr geringen Teil an dem Wasser- und Ionentransport beteiligt ist. Daher treten für das Pflanzenwachstum ökologisch relevante Änderungen in der chemischen Zusammensetzung vorrangig an den Außenflächen der Aggregateinheiten auf, zumal Struktureinheiten meist um- und nicht gleichmäßig durchwurzelt werden.
Bei den Austausch- und Adsorptionsreaktionen der Ionen und Stoffe zwischen Boden und Bodenlösung handelt es sich um reversible Reaktionen, die in einem ungestörten System zu einem Gleichgewichtszustand und damit zu einer Gleichgewichtsbodenlösung führen.
Natürliche Bodenlösungen können nur sehr aufwendig über Lysimeteranlagen im Feld gewonnen werden. Daher wurden vereinfachte Labormethoden zur Gewinnung einer quasi-natürlichen Bodenlösung entwickelt.
Aus feldfrischen Bodenproben kann ein Sättigungsextrakt, die so genannte Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), gewonnen werden, deren Manko jedoch die Störung des natürlichen Bodengefüges ist. Bei dem aus getrockneten Bodenproben gewonnenen wäßrigen 1:2-Extrakt kommt zur Störung des natürlichen Gefüges noch die Störung durch Trocknung hinzu, die sich besonders auf die organische Substanz und bestimmte Tonmineraleigenschaften auswirkt.
Aufwendiger sind die Verfahren zur Gewinnung von Bodenlösungen ohne Wasserzusatz und aus ungestörten Bodenproben.
Bodenlösungen ohne Wasserzusatz könne durch Zentrifugation feldfrischer Bodenproben mit speziellen Zentrifugengefäßen oder durch Verdrängung der Bodenlösung mittels hohen Drucks gewonnen werden.
Zur Quantifizierung der ökologisch wirksamen Nährstoffzusammensetzung des perkolierenden Bodenwassers kann die Gleichgewichtsbodenporenlösung nach Hildebrand (GBPL) empfohlen werden, die aus ungestörten Bodenproben gewonnen wird.

Boden	Wässriger 1:2-Extrakt	BZE

Norm: --- | **HBU: 11.7a**

1. Prinzip der Methode:

Der wäßrige 1:2-Extrakt wird durch Verrühren des getrockneten Bodens mit der doppelten Menge Wasser, 24-stündigem Stehen lassen und anschließendem Abfiltrieren der Gleichgewichtslösung gewonnen, wobei beim Filtrieren der Boden als natürliche Filterschicht dient. Dadurch wird die mechanische und trocknungsbedingte überproportionale Desorption der organischen Substanzen und der komplexierten Kationen teilweise korrigiert. Dennoch enthält der wäßrige 1:2-Extrakt deutlich mehr organische Substanz als die natürliche Bodenlösung.

Achtung!
Diese Methode ist nur für Corg-arme Böden (Unterböden) geeignet.

2. Störungen:

An A_h-, A_{eh}-, A_{he}-, B_h-, und B_{sh}-Horizonten von Böden sollte die Methode der 1:2-Extraktgewinnung wegen der C_{org}-Mobilisierung durch die Bodentrocknung nicht angewendet werden.
Zentrifugation des Boden/Lösungs-Gemisches führt bei C_{org}-haltigen Böden zu starker C_{org}-Mobilisierung in die Lösungsphase und ist deshalb nicht zugelassen (Fortmann u. König, 1990).

3. Geräte und Zubehör:

250 ml-PE-Flaschen oder 500 ml-Kunststoff-Bechergläser
Filternutsche
Filtrationsapparatur für Membranfiltration
0,45 µm Mischestermembranfilter (Celluloseacetat, Cellulosenitrat)
250 ml-PE-Probenflaschen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung des wäßrigen 1:2-Extraktes der Bodenprobe

100 g gesiebter Boden wird in eine 250 ml-PE-Flasche oder ein Kunststoffbecherglas eingewogen, mit 200 ml H_2O demin. versetzt und verrührt. Diese Suspension muss

24 Stunden verschlossen stehengelassen und dabei im Lauf der Zeit mindestens 5-mal mit einem Spatel gut durchgerührt werden. Am nächsten Tag wird die Suspension aufgerührt und mit Hilfe einer Filternutsche über einen Schwarzbandfilter gegeben, wobei der Boden als zusätzlicher Filter für die Lösung wirkt. Anschließend muss die Bodenlösung membranfiltriert (∅ 0,45 µm) werden. Bei Verwendung einer entsprechenden Membranfiltrationsanlage kann die Suspension auch direkt in 250 ml PE-Flaschen membranfiltriert werden (eventuell mit Glasfaservorfilter). Alle Filtermaterialien müssen vorher gespült werden.
Die Lösungen werden im Kühlraum bei 4 °C gelagert.

b) Bestimmung der Elemente im wässrigen 1:2-Extrakt
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.4**
Ca	**11.1.4**
Cl	**13.2.4**
Fe	**17.1.4**
K	**30.1.4**
DOC	**31.2.4**
Mg	**36.1.4**
Mn	**37.1.4**
Na	**39.1.4**
SO_4	**54.2.4**
N_{ges}	**58.1.4**
NH_4	**58.3.4**
NO_3	**58.4.4**
pH	**76.1.4**

Anmerkungen:
1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Die Messung der übrigen Inhaltsstoffe sollte möglichst innerhalb einer Woche nach Herstellung der Extrakte erfolgen, da die Lösungen wegen der relativ hohen C_{org}-Gehalte nicht lange haltbar sind.
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2, Lysimeterlösung, Bodenporenlösung nach Hildebrand, Methode A3.2.2.3 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

b.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2, KCl-Extrakt (Nmin), Lysimeterlösung; Vergleich der NO_3-Konzentrationen: Wenn man die Ergebnisse auf gleiche Boden:Lösung-Verhältnisse umrechnet, sind die NO_3-Konzentrationen recht gut zu vergleichen; dies gilt nicht für die NH_4-Konzentrationen (Evers et.al. 2002).

c.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2: Für einige Parameter gibt es gute Korrelationen zwischen beiden Extrakten, so z.B. für NO_3, Al und Cl. Schlechte Korrelationen wurden für Ca, C_{org} und NH_4 festgestellt. (Auswertung der Daten der BZE-Profile aus Niedersachsen, unveröffentlicht)

9. Literatur:

1. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustands-erhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 215 ff.
2. Fortmann u. König (1990): Vergleich der GBL- und 1:2-Extrakt-Gewinnung durch Zentrifugation und Filtration über den Bodenbrei; (unveröffentlicht)
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden, wässriger 1:2 Extrakt
4. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 7ff

Boden	Gleichgewichtsbodenlösung (GBL)	BZE (1)
Norm: ---	**HBU: 11.7c**	

1. Prinzip der Methode:

Die Gleichgewichtsbodenlösung (GBL) wird durch Verrühren des feldfrischen Bodens mit Wasser zu einem Bodenbrei, 24-stündigem Stehen lassen und anschließendem Abfiltrieren der Gleichgewichtslösung gewonnen, wobei beim Filtrieren der Boden als natürliche Filterschicht dient Dadurch wird die durch das Rühren verstärkte Desorption der organischen Substanzen und der komplexierten Kationen teilweise korrigiert. Das Boden-Wasser-Verhältnis darf 0,8 ml/g nicht überschreiten (Ulrich et. al.1971).

2. Störungen:

Die feldfrischen Bodenproben sollten möglichst sofort nach Probeneingang bearbeitet werden, da es durch mikrobielle Umsetzungen während der Lagerung zu Veränderungen bei einigen Parametern (NO_3, NH_4, pH, C_{org}) kommen kann. (Fortmann u. König, 1991)
Hohe Gehalte an organischer Substanz führen zu sehr huminstoffhaltigen Extrakten, deren AAS-Messung Schwierigkeiten wegen Brennerkopf-Verstopfungen und Verschleppungen machen kann. Auch photometrische Methoden für die Anionenbestimmungen werden durch die Eigenfärbung der Huminstoffe gestört.

3. Geräte und Zubehör:

1 l-Kunststoff-Bechergläser
Motorrührer
große Metallspatel
große Kunststoff-Filternutschen und Absaugflaschen
Schwarzbandfilter
Vakuumpumpe
Filtrationsapparatur für Membranfiltration
0,45 µm Mischestermembranfilter (Celluloseacetat, Cellulosenitrat)
250 ml-PE-Flaschen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

Die feldfrische Probe wird per Hand homogenisiert und von Wurzeln und Steinen befreit.

7. Durchführung:

a.) Gewinnung des Extraktes:

700-1.000 g (mindestens 500 g) feldfrischer Boden (ohne Steine und Wurzeln, homogenisiert) werden in die 1 l-Kunststoffbechergläser eingewogen und mit soviel H_2O demin. versetzt, dass der Boden mit einem Spatel knetbar ist.

Anschließend werden 130-150 ml H_2O demin. zugegeben und mit einem Elektrorührer verrührt. Der Rührmotor ist dabei in einem Stativ verankert, damit das Kunststoff-Becherglas von Hand unter den Rührquirl geführt und auf und ab bewegt werden kann. In der Regel reicht die angegebene Wassermenge aus, um eine gerade verrührbare Suspension oder Paste zu bekommen. Wenn das nicht der Fall ist, muß man noch etwas H_2O demin. zugeben. Es ist jedoch darauf zu achten, dass das Lösungs-Boden-Verhältnis nach Möglichkeit 0,8 ml/g Trockensubstanz nicht überschreitet. Den Punkt des richtigen Wasserzusatzes, der im allgemeinen innerhalb von 5 % reproduzierbar ist, erkennt man daran, dass: die Bodenpaste glänzt, weil sie Licht reflektiert, die Bodenpaste schwach fließt, wenn man den Becher schräg hält, die Bodenpaste sauber und von selbst vom Spatel gleitet und wenn man mit der schmalen Seite des Spatels eine Rinne in die Paste zieht, diese sich leicht wieder schließt, wenn man den Plastikbecher leicht rüttelt.

Die Gefäße mit dem Bodenbrei werden ca. 24 Std. möglichst kühl stehengelassen und ab und zu mit einem Spatel umgerührt.

Am nächsten Tag wird die Suspension aufgerührt und über große Filternutschen mit wassergespülten Schwarzbandfiltern durch Anlegen von Vakuum so abgesaugt, dass der Bodenbrei als Filterschicht für die Bodenlösung fungiert. Es wird gesaugt, bis der Boden einen fast trockenen, rissigen Kuchen bildet; dies dauert je nach Bodentyp bis zu 3 Stunden.

Das Filtrat (ca. 150 ml) wird in 250 ml-PE-Flaschen aufgefangen und anschließend in der Membranfiltrationsanlage über 0,45 µm Membranfilter direkt in 250 ml PE-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Die zugesetzte Wassermenge muss erfaßt werden, um das genaue Boden-Lösungsverhältnis bestimmen zu können. Dazu ist auch die Bestimmung des Wassergehalts der feldfrischen Probe nötig.
2. Die GBL darf auf keinen Fall durch Zentrifugation gewonnen werden, da sonst die organische Substanz vom Mineralboden abgelöst und in Lösung überführt werden kann! (Fortmann u. König, 1990)

b.) Bestimmung der Elementgehalte und des pH-Wertes in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.4
Ca	11.1.4
Cl	13.2.4
Fe	17.1.4
K	30.1.4
DOC	31.2.4
Mg	36.1.4
Mn	37.1.4
Na	39.1.4
SO_4	54.2.4
N_{ges}	58.1.4
NH_4	58.3.4
NO_3	58.4.4
pH	76.1.4

Anmerkungen:

1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Bis zur Messung müssen die gewonnenen Extrakte kühl (4°C) gelagert werden. Die Messung aller Parameter sollte innerhalb einer Woche geschehen, da die Lösungen wegen des oft hohen C_{org}-Gehalts nicht sehr haltbar sind (Fortmann u. König, 1991).
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, Lysimeterlösung, Bodenporenlösung nach Hildebrand, Methode A3.2.2.3 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

b.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, KCl-Extrakt (N_{min}), Lysimeterlösung; Vergleich der NO_3-Konzentrationen: Wenn man die Ergebnisse auf gleiche Boden:Lösung-Verhältnisse umrechnet, sind die NO_3-Konzentrationen recht gut zu vergleichen; dies gilt nicht für die NH_4-Konzentrationen (Evers et.al. 2002).

c.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1: Für einige Parameter gibt es gute Korrelationen zwischen beiden Extrakten, so z.B. für NO_3, Al und Cl. Schlechte Korrelationen wurden für Ca, C_{org} und NH_4 festgestellt. (Auswertung der Daten der BZE-Profile aus Niedersachsen, unveröffentlicht)

9. Literatur:

1. Evers et. al. (2002): Vorbereitung der 2. BZE im Wald – Untersuchung zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchem. Parameter, BMVEL
2. Fortmann u. König (1990): Vergleich der GBL- und 1:2-Extrakt-Gewinnung durch Zentrifugation und Filtration über den Bodenbrei; (unveröffentlicht)
3. Fortmann u. König (1991): Untersuchungen zur Veränderung der GBL-Konzentrationen auf Grund von längerer Lagerung der feldfrischen Proben vor der GBL-Gewinnung und der GBL selbst (unveröffentlicht)
4. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKT2.1
5. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff
6. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 17ff
7. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 203 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart
8. Ulrich, B., Khanna, P.K.: Göttinger Bodenkdl. Berichte 19, S.121 ff., 1971

Boden	Gleichgewichtsbodenporenlösung (GBPL) nach Hildebrand	BZE (1)
Norm: ---	HBU: 11.7d	

1. Prinzip der Methode:

Die Stechzylinderproben von ungestörten Bodenproben werden im Kreislauf mit demin. Wasser pumpengesteuert perkoliert, bis sich ein Gleichgewicht zwischen Bodenprobe und Lösung einstellt. Der Chemismus dieser Lösung charakterisiert im Wesentlichen die chemischen Bedingungen an den Aggregatoberflächen.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationsapparatur (siehe Anhang 1)
Stechzylinder 100 ml
100 ml-Vorrats- bzw. Auffangflaschen mit durchbohrten Stopfen
Manometer
Schlauchpumpe
Kühlbox 16°C
Filterflockenmasse

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

Der an der Außenwand des Stechzylinders anhaftende Boden wird entfernt.
Die Fehlstellen im Bodenkörper werden mit angefeuchteter Filterflockenmasse (vorher gut mit heißem demin. Wasser auskochen und bei 60°C trocknen) ausgefüllt.

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Perkolationsapparatur

Vor dem Spülen sind die Manometer abzuklemmen, da diese sonst aufgrund des Unterdrucks mit Spülwasser volllaufen.
Die Perkolationsapparatur wird 5-8-mal von oben mit demin. Wasser gespült (Pumpenstellung 20-40).
Vor dem Aufsetzen der Stechzylinder muss das Spülwasser gut abgesaugt und die Klemmen an den Manometerschläuchen entfernt werden.

b.) Gewinnung des Perkolats:

Der mit einer Dichtung versehene Plexiglaszylinder wird auf den Stechzylinder mit den feldfrischen Proben montiert und auf die Apparatur aufgesetzt, wobei man die Stechzylinder leicht gegen die Filzscheibe andrückt.

Anschließend legt man ein Filterpapier (Blauband, durchlöchert und mit Einschnitten) auf den Boden, feuchtet es an und passt es der Bodenoberfläche an.

In das Vorratsgefäß werden 100 ml aqua bidest gegeben, je nach Wassergehalt der feldfrischen Bodenprobe liegt dann das Boden/Wasser-Verhältnis zwischen 0,9 und 1,2. Durch eine Schlauchpumpe wird am Membranfilter eine Saugspannung aufgebaut. Der dabei entstehende Gegendruck im Vorratsgefäß fördert Aqua bidest auf die Bodenprobe. Ist die Wasserspannung in der Bodenprobe geringer als die am Membranfilter anliegende Saugspannung, beginnt der Wasserkreislauf, wobei sich die Spannung am Membranfilter allmählich abbaut. Die Schlauchpumpe wird so reguliert, dass eine geringe Spannung (0,6 < pF< 1,8) am Membranfilter aufrechterhalten wird. Die groben Poren bleiben dann belüftet. Nach 48 Stunden besteht zwischen der Lösung im Vorratsgefäß und den wenig gespannten Wasserfilmen in der Bodenprobe ein Quasi-Gleichgewicht. Eine halbe Stunde vor Beendigung des Wasserkreislaufs wird der Stopfen des Vorratsgefäßes geöffnet. Damit wird die Förderung der Lösung auf die Bodenprobe unterbrochen und der in der Probe befindliche Restelektrolyt kann abgesaugt werden.

c.) Bestimmung der Elementgehalte und des pH-Wertes in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.4**
Ca	**11.1.4**
Cl	**13.2.4**
Fe	**17.1.4**
K	**30.1.4**
DOC	**31.2.4**
Mg	**36.1.4**
Mn	**37.1.4**
Na	**39.1.4**
SO_4	**54.2.4**
N_{ges}	**58.1.4**
NH_4	**58.3.4**
NO_3	**58.5.4**
H	**76.1.4**

Anmerkungen:

1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Die Messung der übrigen Inhaltsstoffe sollte möglichst innerhalb einer Woche nach Herstellung der Extrakte erfolgen, da die Lösungen wegen der relativ hohen C_{org}-Gehalte nicht lange haltbar sind.
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.
4. Die verwendeten Schläuche und Filzscheiben müssen unbedingt gut mit heißem demin. Wasser gereinigt werden. Zu empfehlen ist ein Blinddurchlauf ohne aufgesetzte Bodenprobe. Die hier erhaltenen Messwerte werden als Blindwert von den Probenmesswerten abgezogen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, Lysimeterlösung, Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

9. Literatur:

1. Hildebrand (1986): Ein Verfahren zur Gewinnung der Gleichgewichts- und Bodenporenlösung, Zeitschrift Pflanzenern. und Bodenkunde, 149, S. 340 ff
2. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff

ANHANG 1

Aufbau der Perkolationsapparatur (aus: Hildebrand et. al. (1986))
GBPL-Versuchsaufbau

Unterdruck-
Manometer

Plexiglasaufsatz

Blauband-
Filter

Stechzylinder
mit Bodenprobe

Anpreßring

O-Ring

Filzfilterscheiben

Membranfilter (0,45 µm)
(Cellulose-Acetatfilter)

Silikon-
schlauch

Peristaltik-
Pumpe

Gleichgewichts-Bodenporen-
Lösung (GBPL)

demin.
Wasser

Kühlbox

Boden Humus	Salz-Extrakte	BZE Level I+II Länder

Boden	**Oxalat-Extrakt zur Bestimmung des oxidischen Al und Fe**	**Level I+II (2) BZE (2)**

Norm: in Anlehnung an DIN 19684-6	**HBU: 11.7b; in Anlehnung an HBU 3.4.1.17.2a**

1. Prinzip der Methode:

Die Bodenprobe wird mit Ammoniumoxalat-Lösung geschüttelt. Dabei werden die leicht löslichen, amorphen oxidischen und hydroxidischen Verbindungen des Eisens und Aluminiums durch Komplexierung aufgelöst und in Lösung gebracht. Im Extrakt wird dann Fe und Al bestimmt.

2. Störungen:

Bei humusreichen Böden kann organische Substanz in Lösung gehen, an der Fe und Al komplexiert gebunden sind. Dies führt zur Überschätzung des Oxidischen Fe und Al.

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
PE-Flasche, Weithals, 100 ml
Zentrifugenbecher 50 ml
Zentrifuge
Waage (Wägegenauigkeit +/- 0,01 g)
Pipette
PE-Flasche 50 ml

4. Chemikalien:

Ammoniumoxalat: $(NH_4)_2C_2O_4*H_2O$
Oxalsäure: $H_2C_2O_4*H_2O$
Superfloc (Fällungsmittel)

5. Lösungen:

0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung: 81 g Ammoniumoxalat und 54 g Oxalsäure werden in einem 5 l-Messkolben in 4, 5 l H_2O_{demin} gelöst und anschließend auf 5 l aufgefüllt. Anschließend wird der pH-Wert der Lösung durch Zugabe einiger ml einer 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung (28 g/l) oder einer 0,2 M Oxalsäure-Lösung (25 g/l) auf pH 3 eingestellt.

Anmerkungen:

1. Die Ammoniumoxalat-Lösung muss im Dunkeln aufbewahrt werden. Sie ist nur begrenzt haltbar!

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a.) Gewinnung des Extrakts:

1 g getrockneter und gesiebter Boden werden in eine 100 ml-PE-Flasche eingewogen und mit 50 ml 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung versetzt. Das Gemisch wird 4 Std. unter Schutz vor UV-Strahlung geschüttelt. 30-40 ml der überstehenden Lösung werden in einen Zentrifugenbecher überführt und 10-15 min. mit 3.000 g zentrifugiert. Die überstehende klare Lösung wird vorsichtig mit einer Pipette abpipettiert und in eine PE-Probenflasche gegeben.

Anmerkungen:

1. Je nach Gehalt an Fe und Al kann die Boden-Einwaage auf 2 g erhöht oder der Zusatz der Ammoniumoxalat-Lösung auf 100 ml erhöht werden.
2. Zur besseren Sedimentation beim Zentrifugieren kann der Lösung Fällungsmittel wie z.B.: Superfloc zugesetzt werden.
3. Da die Reaktion temperaturabhängig ist, sollte die Arbeitstemperatur nicht über 25°C liegen.

b.) Bestimmung der Elementgehalte von Fe und Al in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.5
Fe	17.1.5

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards unbedingt 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung verwendet wird.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. ISRIC, FAO (1995): Procedures for soil analysis, Fifth ed. ISRIC Technical Paper 9, Wageningen
2. DIN 19684-6, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau - Chemische Laboruntersuchungen - Teil 6: Bestimmung des Gehaltes an oxalatlöslichem Eisen
3. Utermann, J. u.a. (2000): Geologisches Jahrbuch, Reihe G, Heft 8: Labormethoden-Dokumentation; Hrsg. BGR

Boden Humus	**Ammoniumnitrat-Extrakt zur Bestimmung extrahierbarer Spurenelemente**	**Länder (RP)**
Norm: in Anlehnung an DIN 19730	**HBU: 3.2.2.1**	

1. Prinzip der Methode:

Die Ammoniumnitrat-Lösung (1 mol/l) extrahiert wasserlösliche und unspezifisch adsorbierte Elemente sowie leicht lösliche metallorganische Komplexe, d.h. leicht mobilisierbare Elemente und Verbindungen aus dem Mineralboden. Die Extraktion mit der ungepufferten Salzlösung findet bei weitgehend unverändertem pH-Wert des Bodens statt und spiegelt damit die stark pH-abhängige Mobilität der meisten Elemente wider. Die Gehalte schwanken element- und substratspezifisch in einem weiten Bereich.
Die Ammoniumnitrat-Extraktion ist ein Verfahren der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV 1999) zur Wirkungspfad-bezogenen Bewertung anorganischer Schadstoffe.

2. Störungen:

---

3. Geräte:

Analysenwaage (Wägegenauigkeit +/- 0,1 g)
100 ml Kunststoff-Weithalsflasche
Schüttelgerät
Apparatur für Membranfiltration
Membranfilter, 0,45 µm Porenweite
50 ml Kunststoff-Flasche

4. Chemikalien:

Ammoniumnitrat: NH_4NO_3 p.a.
Salpetersäure: HNO_3 65% suprapur

5. Lösungen:

1 M NH_4NO_3-Lösung: 80,04 g NH_4NO_3 p.a. in Wasser lösen und auf 1 l auffüllen.
Verd. Salpetersäure: 10 ml Salpetersäure (4.b) mit Wasser auf 1 l auffüllen.

Anmerkungen:

1. Ammoniumnitrat ist nicht mit einem höheren Reinheitsgrad als p.a. erhältlich. Gebrauchsfertige 1 m Ammoniumnitrat-Lösung gibt es in der Qualität „suprapur“, allerdings besitzt diese keinen höheren Reinheitsgrad, als die Lösung 5.a, sofern bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet wird.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1
Nach DIN 19730 sollte bei einem Gehalt von >30 Gew.-% organischer Substanz die feldfrische Probe verwendet werden und der Wassergehalt nach DIN ISO 11465

zusätzlich bestimmt werden. Diese Vorgehensweise ist zu bevorzugen, da diese Proben im getrockneten Zustand häufig hydrophob sind und ein Großteil der Extraktionslösung aufgesaugt wird.
Proben aus reduktomorphen Bodenhorizonten sollten ebenfalls feldfrisch untersucht werden.

7. Durchführung:

a) Extraktion:

20 g Boden wird in einer 100 ml-Kunststoff-Flasche mit 50 ml 1 M NH_4NO_3-Lösung versetzt. Bei ton- und/oder huminstoffreichen Böden ist die Erhöhung der Einwaage bei Einhaltung des Feststoff:Extraktionsmittel-Verhältnises von 1:2,5 zu empfehlen, um ein für die Messungen ausreichendes Volumen des Extraktes zu erhalten. Auch das Volumen der Kunststoff-Weithalsflasche ist entsprechend zu erhöhen.
Die Probe wird 2 h bei Raumtemperatur mit etwa 20 Umdrehungen/min geschüttelt. Anschließend läßt man die Weithalsflasche zum Absetzen der festen Bestandteile 15 min ruhen. Die überstehende Lösung wird dekantiert und in eine 50 ml Kunststoff-Flasche membranfiltriert. Nach beendeter Filtration ist dem Extrakt zur Stabilisierung verd. Salpetersäure im Verhältnis 1:100 zuzusetzen (z.B. 0,4 ml Salpetersäure zu 40 ml Extrakt).

Anmerkungen:

1. Abweichend zur DIN 19730 können an Stelle von Membranfiltern langsamlaufende säuregewaschene quantitative Filterpapiere oder –pappen verwendet werden.
2. Nach DIN 19730 sind alle für die Extraktion benötigten Gefäße vor jedem Gebrauch mit verdünnter Salpetersäure zu füllen und 24 h stehen zu lassen.
3. Es sollte mindestens eine Blindprobe bei jeder Untersuchung den vollständigen Extraktionsvorgang, einschließlich Filtration und Extraktstabilisierung, durchlaufen.

b) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
As	3.1.5
Pb	6.1.5
Cd	9.1.5
Cr	14.1.5
Co	15.1.5
Cu	32.1.5
Ni	42.1.5
Hg	47.1.5
Zn	73.1.5

Anmerkungen:
1. Grundsätzlich sollen die Kalibrierungslösungen mit der für den Extrakt verwendeten 1 M NH_4NO_3-Lösung angesetzt und mit dem entsprechenden Volumen Salpetersäure stabilisiert werden. Empfehlenswert ist die Verwendung eines Kalibrations-Blindwertes.
2. Die Blindprobe der jeweiligen Untersuchung sollte mit den eigentlichen Messlösungen gemessen werden, was die Qualitätskontrolle der eingesetzten Reagenzien ermöglicht.
3. Die Konzentration von Spurenelementen ist schon in der unverdünnten NH_4NO_3-Lösung insbesondere in schwach sauren bis alkalischen Böden so gering, dass nur der Einsatz nachweisstarker Geräte (G-AAS, ICP-MS, ICP-AES, ICP-AES mit USN) sinnvoll ist. Hinweise auf häufig vorkommende Gehalte finden sich u.a.: DIN 19730 (1997), Prüeß (1992, 1994) und LABO (2003).

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN 19730, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit - Extraktion von Spurenelementen mit Ammoniumnitrat-Lösung
2. Prüeß, A. (1992): Vorsorgewerte und Prüfwerte für mobile und mobilisierbare, potentiell ökotoxische Spurenelemente in Böden.- 145 S.; Wendlingen (Grauer).
3. Prüeß, A. (1994) : Einstufung mobiler Spurenelemente in Böden.- In: Rosenkranz, D. et. al. [Hrsg.]: Bodenschutz, Ergänzbares Handbuch der Maßnahmen und Empfehlungen für Schutz, Pflege und Sanierung von Böden, Landschaft und Grundwasser, 3600**:** 1-59; Berlin (E. Schmidt).
4. Bund-Länder-Arbeitsgemeinschaft Bodenschutz (LABO) (2003): Hintergrundwerte für anorganische und organische Stoffe in Böden.- 3 Aufl., 170 S.

Boden	Ammoniumlaktat-Essigsäure-Extrakt zur Orthophosphat-Bestimmung	Länder (BB, MV)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Das im Boden enthaltene Orthophosphat wird durch Schütteln mit einer auf ca. pH 3,7 eingestellten Lösung aus Essigsäure, Milchsäure und Ammoniumacetat (ALE-Lösung) extrahiert. Nach Filtration wird der Gehalt an Orthophosphat in der Lösung spektrophotometrisch bestimmt.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung des Orthophosphats in Böden durch Extraktion mit Ammonium-laktat-Essigsäure-Lösung erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1983.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
geeignetes Filterpapier (z.B. Grünband)
PE-Probenflaschen, 100 ml

4. Chemikalien:

Milchsäure etwa 90 %, reinst (Dichte 1,21 g/ml)
Essigsäure 96 %, reinst
Ammoniumacetat, p.a.

5. Lösungen:

Milchsäure-Stammlösung: 1 kg Milchsäure wird in einem 5 l-Messkolben mit 2 l demin. Wasser verdünnt und zur Hydratisierung 48 h bei 95°C gehalten. Nach dem Abkühlen wird die Konzentration dieser Milchsäure-Stammlösung ermittelt. (Sie sollte etwa 3 molar sein).

Milchsäure-Vorratslösung: Aus Milchsäure-Stammlösung, Essigsäure und Ammoniumacetat wird eine Vorratslösung angesetzt. Die Milchsäuremenge wird dabei so bemessen, dass ihre Konzentration in der Vorratslösung 1 M entspricht. Die benötigte Menge Milchsäure-Stammlösung wird in einem 5 l-Messkolben mit 892,5 ml Essigsäure und 385 g Ammoniumacetat gemischt und mit H_2O_{demin} bis zur Marke aufgefüllt.

ALE-Extraktionslösung: Die Vorratslösung wird im Verhältnis 1:10 mit demin. Wasser verdünnt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung des ALE-Extrakts:

10 g Mineralboden bzw. 5 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml ALE-Extraktionslösung versetzt und die verschlossenen Gefäße zwei Stunden in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Nach Filtration durch geeignete Papierfilter in eine 100 ml-PE-Flasche wird das Orthophosphat photometrisch bestimmt.

b) Bestimmung des Orthophosphats im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
PO_4	**44.2.5**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass als Blindlösung und für das Ansetzen der Standards die ALE-Extraktionslösung verwendet wird.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Fiedler, H.J. (1965): Die Untersuchung der Böden; Band 2, S. 83-85
2. Just, G. (1983): Bodenuntersuchungen im Labor; in: Anleitung für die forstliche Standortserkundung im nordostdeutschen Tiefland (Standortserkundungs-anleitung). SEA 83 – B – 11; VEB Forstprojektierung Potsdam
3. Riehm, H. (1958): Die Ammoniumlaktatessigsäuremethode zur Bestimmung der leicht löslichen Phosphorsäure in karbonathaltigen Böden. Agrochemica 3, S. 49-65

Boden	Citronensäure-Extrakt zur Phosphat-Bestimmung	Länder (BY)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Methode dient zur Bestimmung der Phosphorvorräte vor allem in mineralischen Horizonten von Waldböden.
Durch die citronensaure Lösung werden auch die in neutralem Milieu schwerlöslichen Phosphate gelöst, vor allem die des Ca, Mg, Fe und die entsprechenden schwerlöslichen Co-Phosphate (z. B. $MgNH_4(PO_4)$). Die komplexierende Wirkung der Citrationen unterstützt dabei die Mobilisierung der Phosphate.

2. Störungen:

Bei stark carbonathaltigen Böden werden die Carbonate z. T. aufgelöst.

3. Geräte und Zubehör:

Analysenwaage (+/- 0,01 g)
Wägeschiffchen
Vorratsflasche 20 l
Dispenser für 50 oder 100 ml
Horizontalschütteltisch mit Spannvorrichtungen
100 ml PE-Flaschen Weithals mit Schraubverschluß
Membran-Vakuumfiltrationsanlage
Membranfilter Cellulosenitrat 0,45 µm

4. Chemikalien:

Citronensäure-1-hydrat, p.a.
Konz. HNO_3, p.a.

5. Lösungen:

1 % Citronensäure-Lösung:	130,0 g Citronensäure-1-hydrat p.a. werden in eine 20-l-Vorratsflasche gegeben und mit Reinstwasser auf 13 l aufgefüllt.
Verdünnte Salpetersäure:	1% Lösung aus konz. HNO_3

Anmerkungen:

1. Die angesetzte Citronensäure-Lösung reicht für die Extraktion von rund 100 bis 110 Proben.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der Citronensäure-Extrakte:

Für Mineralböden werden 10,00 ± 0,01 g und für Humusproben 5,00 ± 0,01 g der auf < 2 mm abgesiebten und bei 105 °C getrockneten Probe in die 100 ml PE-Flaschen eingewogen. Man setzt 100 ml der frisch angesetzten Citronensäure-Lösung hinzu und spannt die verschraubten Flaschen liegend auf den Horizontalschütteltisch.
Die Proben werden 2 Stunden geschüttelt, 12 bis 18 Stunden stehengelassen und erneut für 30 Minuten geschüttelt. Beim Schütteln soll der gesamte Bodensatz in der Flasche bewegt werden.
Anschließend läßt man die Suspensionen absitzen und filtriert den Überstand über einen 0,45 µm Membranfilter in eine zweite, saubere 100 ml PE-Flasche. Die Filtrationsapparaturen werden vor der Probenserie einmalig mit 1%-iger HNO_3 und mit Reinstwasser gespült. Vor jeder Probe erfolgt dann ein Vorspülen mit dem entsprechenden Probenextrakt. Die Filtrate werden bis zur Messung bei 4 °C aufbewahrt (Die Filtrate sind rund eine Woche lang haltbar).

b) Analyse der Extrakte:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	**HFA-Methode Teil D**
PO_4	**44.2.5**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass als Blindlösung und für das Ansetzen der Standards die Citronensäure-Lösung der gleichen Charge verwendet wird.

c) Berechnung des P-Gehaltes in der Bodenprobe:

$$m(P) = \frac{c * V}{EW * 1000}$$

m(P) P-Gehalt in der Bodenprobe in mg/g
c P-Konzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten Citronensäure-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (10 bzw. 5 g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) VDLUFA-Methode: Bei dieser Methode werden die P-Gesamtgehalte im Extrakt mittels ICP-AES bestimmt. Daher sind die Ergebnisse zur VDLUFA-Methode nur bedingt vergleichbar, da dort aufgrund der photometrischen Bestimmung mittels Vanadat oder als Molybdänblau nur die Ortho-Phosphat-Anteile des Gesamt-P-Gehaltes erfaßt werden.

9. Literatur:

1. VDLUFA, Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten: Handbuch der Landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenhandbuch), Band 1 „Die Untersuchung von Böden“, 4. Auflage 1991, VDLUFA-Verlag Darmstadt, Abschnitt A 6.2.3.4 „Bestimmung von Phosphor im Citronensäureauszug“

Boden	**Kaliumchlorid-Extrakt zur Bestimmung der Gesamtazidität und freien H-Azidität**	**Länder (BB, MV)**

Norm: --- | **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Beim Schütteln des Bodens mit neutraler 1M Kaliumchlorid-Lösung werden H^+- und Al^{3+}-Ionen des Bodenkomplexes gegen K^+-Ionen der Extraktionslösung ausgetauscht. Die Austauschazidität (Gesamtazidität aus H^+- und Al^{3+}-Ionen) wird in einem ersten Aliquot durch Titration mit Natronlauge erfasst. In einem zweiten Aliquot werden die Al^{3+}-Ionen durch Zusatz von NaF maskiert. Dann wird die freie H^+-Azidität durch Titration mit Natronlauge ermittelt.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung der Austauschazidität in Böden durch Titration im KCl-Extrakt erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1987.

2. Störungen:

Bei stärker gefärbten Lösungen oder auch bei Ausflockungen während der Titration mit 0.1 M NaOH ist die Erkennung des Indikatorumschlages schwierig und kann daher zu einer geringeren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse führen. Hier ist auf jeden Fall die potentiometrische Titration zu empfehlen.

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
geeignetes Filterpapier
Titrator (oder Bürette und Rührer, falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)
PE-Probenflaschen, 100 ml

4. Chemikalien:

Natronlauge (NaOH) 0,1 M (Ampulle)
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Natriumfluorid (NaF) p.a.
Phenolphthaleinlösung 1 % in Ethanol (falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)

5. Lösungen:

1M KCl-Lösung:	74,56 g KCl werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 1 l aufgefüllt.
0,02 M NaOH:	200 ml einer 0,1 M Natronlauge werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 1 l aufgefüllt.
1 M NaF-Lösung:	4,2 g NaF werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.3 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung der KCl-Extrakte der Bodenproben:
10 g Mineralboden, 5 g humoser Boden bzw. 2 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2 mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml 1 M KCl-Lösung versetzt und die verschlossenen Gefäße eine Stunde in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Anschließend wird durch Papierfilter in eine PE-Probenflasche filtriert.

b) Bestimmung der Gesamtazidität in der Extraktionslösung:
Für die Gesamtazidität werden 25 ml Filtrat mit 0,02 M NaOH manuell (gegen Phenolphthalein) oder mit einem Titriergerät (bis pH 8,2) titriert.

c) Bestimmung der freien H^+-Azidität in der Extraktionslösung:
Für die freie H-Azidität werden weitere 25 ml Filtrat mit 1 ml NaF-Lösung (oder einer Spatelspitze festem NaF) versetzt und nach gutem Durchmischen in gleicher Weise titriert.

d) Berechnung der Gesamtazidität und der freien H-Azidität:

Die Gesamtazidität wird berechnet nach:

$$GAz = \frac{(V1 - V2) * 1000 * K * M}{E * N}$$

Hierin bedeuten:
GAz = Gesamtazidität in $mmol_c$/100g Boden)
V1 = Volumen der bei der Probe bis zum Erreichen des pH-Wertes 8,2 verbrauchten Natronlauge, in ml
V2 = Volumen der bei der Blindprobe bis zum Erreichen des pH-Wertes 8,2 verbrauchten Natronlauge, in ml
1000 = Umrechnungsfaktor auf 1 kg Boden
K = Konzentration der Natronlauge in mol/l
M = Menge Extraktionsmittel (100 ml)
E = Bodeneinwaage (2, 5 oder 10g)
N = Menge des zur Titration eingesetzten Filtrats (25 ml)

Die freie H^+-Azidität wird in gleicher Weise wie die Gesamtazidität berechnet.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:
2. Thomas, G.W. (1982): Exchangeable Cations. In: Page, A.L. et al: Methods of Soil Analysis, Part 2, S. 159 - 165

Boden	$NaHCO_3$-Extrakt zur Phosphat-Bestimmung	Länder BY
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Methode dient zur Bestimmung der leicht mobilisierbaren Phosphor-Vorräte in vor allem mineralischen Horizonten von Waldböden.
Das Bodenmaterial wird mit einer wässrigen, verdünnten Natriumhydrogencarbonat-Lösung extrahiert. Aufgrund des schwach alkalischen Milieus werden dabei nur die mobilen Fraktionen des Phosphors in Lösung gebracht. Stark gebundene und nur im sauren Milieu mobile Anteile (z.B. Calciumphosphate) werden dabei nicht erfasst. Durch die hohe Löslichkeit von Huminsäuren im schwach alkalischen Milieu werden auch organisch gebundene Phosphorfraktionen mit erfasst.
Durch den Einsatz der schwach alkalischen Natriumhydrogencarbonat-Lösung eignet sich das Verfahren besonders auch für carbonathaltige Böden.

2. Störungen:

Bei höheren Humus-Gehalten sind die Probenextrakte teilweise nur sehr schwer filtrierbar.
Bei dieser Methode werden neben den anorganischen Fraktionen auch organisch gebundene Phosphoranteile mit erfasst.

3. Geräte und Zubehör:

Analysenwaage (+/- 1 mg)
pH-Meter mit Glaselektrode
Wägeschiffchen
Kunststoffbecher 5 l
Messkolben 5 l
Dispenser für 50 oder 100 ml
Horizontalschütteltisch mit Spannvorrichtungen
100 ml PE-Flaschen Weithals mit Schraubverschluß
Membran-Vakuumfiltrationsanlage
Membranfilter Cellulosenitrat 0,45 µm

4. Chemikalien:

Natriumhydroxid (NaOH) p.a.
Natriumhydrogencarbonat ($NaHCO_3$) p.a.
konzentrierte HNO_3 p.a. (verdünnt auf 1 % als Spülsäure)
Reinstwasser (z. B. Millipore)

5. Lösungen:

NaOH-Lösung 5 %-ig:
5 g NaOH p.a. werden in 95 ml Reinstwasser gelöst.

$NaHCO_3$-Lösung 0,5 mol/l:
210,03 g $NaHCO_3$ p. a. werden in ca. 4,5 l Reinstwasser gelöst (5-l-Kunststoffbecher) und mit 5 %-iger NaOH auf pH 8,50 eingestellt. Die Lösung wird anschließend in einen 5-l-Messkolben überführt und mit Reinstwasser auf 5,00 Liter aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
Trocknung nach HFA A1.2.1
Siebung nach HFA A1.3.2

7. Durchführung:

(a) Gewinnung der $NaHCO_3$-Extrakte
4,00 g der auf < 2 mm gesiebten Bodenprobe (Humusauflagen und Mineralböden) werden in eine 100-ml-PE-Weithalsflasche eingewogen. Man setzt 80 ml der frisch angesetzten $NaHCO_3$-Lösung hinzu und spannt die verschraubten Flaschen liegend auf den Horizontalschütteltisch.
Die Proben werden 30 Minuten geschüttelt. Beim Schütteln soll der gesamte Bodensatz in der Flasche bewegt werden (je nach Amplitude des Schüttlers ca. 120 U/min).
Anschließend lässt man die Suspensionen absitzen und filtriert den Überstand über einen 0,45 µm Membranfilter in eine zweite, saubere 100 ml PE-Flasche.
Die Filtrationsapparaturen werden vor der Probenserie einmalig mit 1%-iger HNO_3 und mit Reinstwasser vorgespült. Vor jeder Probe erfolgt dann ein Vorspülen mit dem entsprechenden Probenextrakt. Die Filtration muss noch am selben Tag der Extraktion erfolgen.
Die Filtrate werden bis zur Messung bei 4 °C aufbewahrt (Filtrate sind rund eine Woche lang haltbar).

(b) Analyse der Extrakte:
Die P-Konzentrationen werden mittels ICP-OES mit entsprechender Matrixanpassung der Standards bestimmt. Der höchste Standard beträgt dabei 30 mg/l.

(c) Berechnung des P-Gehaltes in der Bodenprobe:

$$m(P) = \frac{c * V}{EW * 1000}$$

m(P)	P-Gehalt in der Bodenprobe in mg/g
c	P-Konzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten $NaHCO_3$-Lösung in ml (80 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (4 g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
Zur Vergleichbarkeit mit anderen Methoden wie z.B. dem Citronensäure-Extrakt (HFA A3.2.3.4) gibt es zur Zeit noch keine genaueren Auswertungen. Erste Vergleiche zeigen, dass der Natriumhydrogencarbonat-Extrakt für einen Großteil der bisher untersuchten Proben z. T. erheblich geringere Phosphor-Konzentrationen

erreicht als der Citronensäure-Extrakt. Nur bei wenigen Proben sind die Konzentrationen höher.Es deutet sich an, dass es zwischen beiden Verfahren keine feste Korrelation gibt. Offensichtlich hängen die jeweils extrahierten Phosphormengen ab von der Art der Probe, v.a. vom pH-Wert und dem Humusgehalt.

9. Literatur:

1. Olsen R., Cole C., Frank S., Dean L.: Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate (1954)
2. Sibbesen E.: Phosphate Soil Tests and Their Suitability to Assess the Phosphate Status of Soil; J. Sci. Food Agric., 34, 1368 – 1374 (1983)
3. Zorn W., Krause O.: Untersuchungen zur Charakterisierung des pflanzenverfügbaren Phosphats in Thüringer Carbonatböden; Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft (2000)
4. Khanna P. K., Bauhus J., Meiwes K. J., Kohler M., Rumpf S., Schönfelder E.: Assessment of changes in the Phosphorus status of forest ecosystems in Germany – literature review and analysis of existing data; BMELV (2007)

Boden Humus	Teil A3.3: Aufschlussverfahren	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF	BZE
Norm: ---	HBU: 11.9a	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure/Flusssäure-Aufschluss ist ein Aufschluss, bei dem sich die oxidierende Wirkung der Salpetersäure und die silikatauflösende Wirkung der Flusssäure verbinden. Dabei wird zum einen das Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt und der dabei abgespaltene Sauerstoff bewirkt die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$.

Zum anderen überführt die Flusssäure alle Silikate in Fluorokieselsäure, die beim Abrauchen in flüchtiges Siliziumtetrafluorid und Flusssäure zerfällt und so die Silikate aus dem System entfernt:

$SiO_2 + 6\ HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2\ H_2O$

$H_2SiF_6 \rightarrow SiF_4 + 2\ HF$

Organische Substanzen werden in diesem Aufschluß vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen des Humus werden bis auf wenige spezielle Minerale (z.B. manche Zirkonverbindungen, Topas) vollständig aufgeschlossen.

Der Aufschluss wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure und Flusssäure bei 170 bis 190 °C aufgeschlossen werden kann.

2. Störungen:

Da die oxidierende Wirkung des HF/HNO_3-Gemisches nicht so stark ist wie die der reinen Salpetersäure, ist bei Bodenproben mit hohem Humusgehalt manchmal ein Voraufschluss mit reiner Salpetersäure zum vollständigen Aufschluss der organischen Substanz nötig.

Einige Verbindungen werden unter Umständen nicht vollständig aufgeschlossen, wenn sie chemisch stabil oder die Proben nicht fein genug gemahlen sind. In einigen Fällen können auch beim Aufschluss schwerlösliche Phasen ausfallen. Betroffen durch unvollständigen Aufschluss oder Ausfällung können beispielsweise folgende Elemente bzw. Phasen sein: Oxide von Al und Ti; Fluoride von Al, Ca; Sulfate von Ba, Pb, und Sr.

Es besteht hohe Kontaminationsgefahr. Kontaminationen lassen sich durch Spülen der verwendeten Geräte mit verdünnter Salpetersäure nachhaltig zurückdrängen. Als Aufschlussgefäße sind speziell für diese Anwendung entwickelte Teflonbehälter oder artverwandte Materialien zu verwenden. Dadurch wird die Gefahr von Memory-Effekten erheblich gemindert.

3. Geräte und Zubehör:

Aufschluss-Apparatur mit Teflon-Aufschlussbechern (eine mögliche Aufschlussapparatur siehe Anhang 1)
Heizplatte mit Temperatursteuerung, alternativ: Trockenschrank mit Temperatursteuerung
Waage (Wägegenauigkeit +/- 0,1 mg)
Messkolben 50 ml aus Duran-Glas oder PFA
PFA-Flaschen 50 ml
Keramikspatel
Pipetten
Dispensetten

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a. plus
Flußsäure (HF), 40 % p.a.

5. Lösungen:

Spülsäure 5 % p.a. plus: 80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Messzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:

Sicherheitshinweise:
1. Die Arbeiten müssen in einem für Flusssäure geeigneten Abzug durchgeführt werden!
2. Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a) Durchführung des Aufschlusses

1.) Voraufschluss

(nur nötig bei Bodenproben mit hohem Humusanteil und Humusproben sowie bei Aufschlusswiederholung, wenn sich nach dem Gesamtaufschluss ein schwarzer Niederschlag gezeigt hat)
In die Teflonbecher werden jeweils ca. 200 mg Probe auf 0,1 mg genau mit der Mikrowaage eingewogen. Unter dem Abzug werden 4 ml konz. HNO_3 mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Anschließend werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Danach wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam

(innerhalb 1 Stunde) auf 175°C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Gesamtaufschluss beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.
Danach werden die Teflontiegel mit der Aufschlusslösung in eine Abraucheinheit unter einem Abzug gestellt und bei maximal 120 °C fast bis zur Trockne abgeraucht.

Anmerkungen:
1. Beim Einwiegen der Probe in den Teflonbecher sollte sie mit dem Spatel möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt.
2. Die Heizplatte bzw. der Trockenschrank für den Aufschluss sollten wegen der Freisetzung nitroser Gase unter einem Abzug stehen bzw. mit Absaugvorrichtungen versehen sein.
3. Die Verwendung geschlossener Abraucheinheiten (siehe Anhang 1) ist sehr sinnvoll, da so eine Kontamination während des Abrauchens weitgehend verhindert werden kann.

2.) Gesamtaufschluss

Falls kein Voraufschluss nötig war, werden in Teflonbecher jeweils ca. 200 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Ansonsten wird der Gesamtaufschluss mit den fast zur Trockne abgerauchten Proben in den Teflonbechern durchgeführt. Unter dem Abzug werden der Probe 4 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF bei Humusproben bzw. 2 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF bei Bodenproben mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Wurde ein Voraufschluss durchgeführt, kann dieser Punkt entfallen.
Die nummerierten Teflonbecher werden in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb einer Stunde) auf 175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen lässt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie. Die Tiegeldeckel werden beim abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den abschließenden Löseschritt beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.
Danach werden die Teflontiegel mit der Aufschlusslösung in eine Abraucheinheit unter einem Abzug gestellt und bei maximal 120 °C fast bis zur Trockne abgeraucht.

Anmerkungen:
1. Beim Arbeiten mit HF immer Latex-Handschuhe anziehen und für mögliche Unfälle die Salbe gegen HF-Verätzungen bereitlegen!
2. Beim Einwiegen der Probe in den Teflonbecher sollte sie mit dem Spatel möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt.
3. Die Heizplatte bzw. der Trockenschrank für den Aufschluss sollten wegen der Freisetzung nitroser Gase unter einem Abzug stehen bzw. mit Absaugvorrichtungen versehen sein.
4. Die Verwendung geschlossener Abraucheinheiten (siehe Anhang 1) ist sehr sinnvoll, da so eine Kontamination während des Abrauchens weitgehend verhindert werden kann.

3.) abschließender Löseschritt

Der im Teflonbecher verbliebene Abrauch-Rückstand wird mit 2 ml konz. HNO_3 versetzt und anschließend mit der Dispensette 15 ml H_2O demin. reinst zugegeben. Die Teflondeckel werden aufgelegt, die geschlossenen Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und dieser verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und auf 150 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 1 Stunde gehalten und so der Abrauchrückstand in Lösung gebracht.
Nach Beendigung des Löseschritts wird die Aufschlusseinheit geöffnet. Im Tiegel müssen sich nun klare Lösungen befinden. (ist dies nicht der Fall, muss der Aufschluss mit Voraufschluss wiederholt werden.)
Zum Überführen der Aufschlusslösung wird jeweils 1 Becher eines Blocks herausgenommen und der Deckel vorsichtig abgenommen. Durch vorsichtiges Schräghalten des Deckels und leichtes Klopfen auf den Rand des Teflonbechers wird am Deckel befindliches Kondensat in den Becher gespült. Dann wird die Aufschlusslösung vorsichtig direkt aus dem Teflonbecher in einen 50 ml-Messkolben geschüttet. Anschließend wird der Becher 3-mal mit je 10 ml demin. reinst aus der Dispensette nachgespült und die Spüllösung auch in den Meßkolben geschüttet. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Aufschlusslösung wird anschließend in eine 50 ml PFA-Flasche gefüllt.

Anmerkungen:
1. Sollte sich der Abrauchrückstand nicht vollständig gelöst haben, kann der Löseaufschluss nach Zusatz von etwas HCl wiederholt werden.
2. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:
   Teflonbecher:
   Nach jedem Aufschluß innerhalb sowie am Ende der Serie werden die Teflonbecher mit 5%iger Spülsäure bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Sollten sich im Teflontiegel nach dem Aufschluß leichte Verfärbungen zeigen, werden diese vorher mit einem weichen Zellstofftuch und etwas H_2O demin. reinst vorsichtig ausgewischt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60 °C (<u>niemals über 60 °C!</u>) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.
   Messkolben:

Der 50 ml-Messkolben wird bis an den Rand mit Spülsäure gefüllt und der Stopfen eingesetzt. Erst direkt vor der Benutzung wird der Kolben mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült.
PFA-Flaschen:
Die 50 ml-PFA-Flaschen werden mit 25 ml Spülsäure gefüllt, auf der Schüttelmaschine 1 Stunde geschüttelt und anschließend mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet.

übrige Geräte:
Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 und der HF muss nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**

Element	HFA-Methode Teil D
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.2: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar.
b) Gesamtaufschluss mit $HClO_4$/HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.5: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

1. DIN ISO 14869-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): Bodenbeschaffenheit - Aufschlussverfahren zur nachfolgenden Bestimmung von Element-Gesamtgehalten - Teil 1: Aufschluss mit Flusssäure und Perchlorsäure; veröffentlicht in HBU 3.1.3.3a
2. Heinrich und Herrmann (1990): Praktikum der analytischen Geochemie; Springer-Verlag, Berlin
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DANF1.1 Boden und Humus
4. Picotrace-Betriebsanleitung
5. Sulcek u. Povondra (1989): Methods of Decomposition in Inorganic Analysis, Boca Raton

ANHANG 1

Beschreibung des Gesamtaufschlusses unter Verwendung der Aufschlussapparatur Picotrace (aus: König u. Fortmann (1996), Methode DANF1.1 Humus)

1.) Voraufschluss
In die 16 Teflonbecher werden jeweils ca. 100 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Die Probe muss dabei möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt. Manchmal ist es sogar am besten, das Material direkt aus der Probenflasche in den Teflonbecher zu schütten. Pro Becher-Satz (16) werden 1 Kontroll-Standard-Aufschluss sowie 2 Blindaufschlüsse durchgeführt.
Nach dem Einwiegen werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt. Unter dem Abzug werden der Probe 4 ml konz. HNO_3 (p.a. plus) mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Nach nochmaligem Umschwenken werden die Stützplatten auf die Deckel und die Andruckplatte auf den Block gelegt und die 6 Plattenandruckschrauben von Hand festgedreht. Danach werden die 16 Andruckschrauben für die Tiegeldeckel ebenfalls von Hand festgeschraubt. Auf gleiche Weise wird mit dem anderen Aufschlussblock verfahren.

- Temperaturfühler in einen der beiden Aufschlussblöcke stecken.
- Kippschalter an der Rückwand der Steuereinheit der Heizplatte betätigen.
- Mit Taste “Prog“ Programm 1 anwählen (siehe Tabelle 1).
- Mit grüner Taste das Programm starten.

Anschließend werden die Proben unter dem Abzug auf der Heizplatte bei 175 °C 10 Stunden lang über Nacht aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen werden die Blöcke nach Anschluss des Kühlwasserschlauches an die Steckverbindung des Aufschlussblockes mit kaltem Wasser abgekühlt. Dabei müssen die Andruckschrauben für die Tiegeldeckel nachgezogen werden, damit keine Aufschlusslösung entweichen kann. Nach dem vollständigen Abkühlen werden die Andruckschrauben gelöst, die Andruckplatte entfernt und die Stützplatten von den Tiegeldeckeln genommen. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Gesamtaufschluss beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.
Die Einheit zum geschlossenen Abrauchen der im Tiegel verbliebenen HNO_3 wird auf die Tiegel gesetzt. Darüber wird eine spezielle Andruckplatte zum Fixieren der Abraucheinheit gelegt und die 6 Andruckschrauben vorsichtig gleichmäßig festgeschraubt. Die Absaugeinheit wird mit Blindstopfen und Absaug- sowie Zuluftstutzen

versehen. Die Absaug- und Zuluftstutzen müssen mit ihrer Markierung immer in Richtung der Tiegel zeigen. Der Absaugstutzen wird mit der Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei die Luft durch eine mit Teflonspänen und 1 M NaOH gefüllte Waschflasche gesaugt wird, um das abgesaugte saure Kondensat zu neutralisieren. Die Absaugmenge ist optimal eingestellt, wenn ca. 2 Luftblasen/sek und Absaug-einheit abgesaugt werden.
Das Temperaturprogramm 2 (siehe Tabelle 1) wird gestartet.
Nach Beendigung des Abrauchens und Abkühlens des Aufschlussblocks (siehe oben) wird die Abraucheinheit vom Aufschlussblock entfernt.

2.) Gesamtaufschluss
Wenn kein Voraufschluss durchgeführt wurde, werden in die 16 Teflonbecher jeweils ca. 100 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Die Probe muß dabei möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt. Manchmal ist es sogar am besten, das Material direkt aus der Probenflasche in den Teflonbecher zu schütten. Pro Becher-Satz (16) werden 1 Kontroll-Standard-Aufschluss sowie 2 Blindaufschlüsse durchgeführt.
Nach dem Einwiegen werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt. Unter dem Abzug werden 4 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Proben zugesetzt. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Wurde ein Voraufschluss durchgeführt, kann dieser Punkt entfallen. Nach nochmaligem Umschwenken werden die Stützplatten auf die Deckel und die Andruckplatte auf den Block gelegt und die 6 Plattenandruckschrauben von Hand festgedreht. Danach werden die 16 Andruckschrauben für die Tiegeldeckel ebenfalls von Hand festgeschraubt. Auf gleiche Weise wird mit dem anderen Aufschlussblock verfahren.

- Temperaturfühler in einen der beiden Aufschlussblöcke stecken.
- Kippschalter an der Rückwand der Steuereinheit der Heizplatte betätigen.
- Mit Taste “Prog“ Programm 1 anwählen (siehe Tabelle1).
- Mit grüner Taste das Programm starten.

Anschließend werden die Proben unter dem Abzug auf der Heizplatte bei 175 °C 10 Stunden lang über Nacht aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen werden die Blöcke nach Anschluss des Kühlwasserschlauches an die Steckverbindung des Aufschlussblockes mit kaltem Wasser abgekühlt. Dabei müssen die Andruckschrauben für die Tiegeldeckel nachgezogen werden, damit keine Aufschlusslösung entweichen kann. Nach dem vollständigen Abkühlen werden die Andruckschrauben gelöst, die Andruckplatte entfernt und die Stützplatten von den Tiegeldeckeln genommen. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Löse-schritt beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abge-deckt.

Die Einheit zum geschlossenen Abrauchen des im Tiegel verbliebenen HF/HNO_3-Gemisches wird auf die Tiegel gesetzt. Darüber wird eine spezielle Andruckplatte zum Fixieren der Abraucheinheit gelegt und die 6 Andruckschrauben vorsichtig gleichmäßig festgeschraubt. Die Absaugeinheit wird mit Blindstopfen und Absaug- sowie Zuluftstutzen versehen. Die Absaug- und Zuluftstutzen müssen mit ihrer Markierung immer in Richtung der Tiegel zeigen. Der Absaugstutzen wird mit der Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei die Luft durch eine mit Teflonspänen und 1 M NaOH gefüllten Waschflasche gesaugt wird, um das abgesaugte saure Kondensat zu neutralisieren. Die Absaugmenge ist optimal eingestellt, wenn ca. 2 Luftblasen/sek und Absaugeinheit abgesaugt werden.
Das Temperaturprogramm 2 (siehe Tabelle 1) wird gestartet.
Nach Beendigung des Abrauchens und Abkühlens des Aufschlussblocks (siehe oben) wird die Abraucheinheit vom Aufschlussblock entfernt.

3.) abschließender Löseschritt
Der im Tiegel verbliebene Abrauch-Rückstand wird mit 2 ml konz. HNO_3 versetzt und anschließend mit der Dispensette 15 ml H_2O demin. reinst zugegeben. Die Tiegeldeckel werden aufgelegt und die Aufschlusseinheit wie unter Abschnitt 2. beschrieben geschlossen.
Nach Beendigung des Löseschritts wird die Aufschlusseinheit geöffnet. Im Tiegel müssen sich nun klare Lösungen befinden. (ist dies nicht der Fall, muss der Aufschluss mit Voraufschluss wiederholt werden.)
Zum Überführen der Aufschlusslösung wird jeweils ein Becher eines Blocks herausgenommen und der Deckel vorsichtig abgenommen. Durch vorsichtiges Schräghalten des Deckels und leichtes Klopfen auf den Rand des Teflonbechers wird am Deckel befindliches Kondensat in den Becher gespült. Dann wird die Aufschlusslösung vorsichtig direkt aus dem Teflonbecher in den Glaskolben geschüttet. Anschließend wird der Becher 3-mal mit je 10 ml H_2O demin. aus der Dispensette nachgespült und die Spüllösung auch in den Messkolben geschüttet. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Aufschlusslösung wird anschließend in eine 50 ml PFA-Flasche gefüllt.
Der 50 ml Kolben wird 3 mal mit je 10 ml H_2O demin., anschließend 3 mal mit wenig Spülsäure und dann wieder 3 mal je 10 ml H_2O demin. ausgespült. Anschließend wird die nächste Probe auf die gleiche Weise überführt.

Tabelle 1: verwendete Temperaturprogramme

Temperaturprogramm 1: Druckaufschluss bzw. Voraufschluss

Segment-Nr.	0	1	2	3	4	5
Zeit	0 min (skip)	30 min	60 min	10 Stunden	8 Stunden	Ende
Temperatur	20 °C	90 °C	225 °C	225 °C	20 °C	

<u>Temperaturprogramm 2</u>: Abrauchen

Segment-Nr.	0	1	2	3
Zeit	0 min (skip)	30 min	6 Stunden	Ende
Temperatur	20 °C	150 °C	150 °C	

<u>Temperaturprogramm 3</u>: Löseaufschluss

Segment-Nr.	0	1	2	3
Zeit	0 min (skip)	30 min	90 min	Ende
Temperatur	20 °C	185 °C	185 °C	

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle	BZE
Norm: ---	HBU: 11.9c	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure/Flusssäure-Aufschluss ist ein Aufschluss, bei dem sich die oxidierende Wirkung der Salpetersäure und die silikatauflösende Wirkung der Flusssäure verbinden.

Dabei wird zum einen das Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt und der dabei abgespaltene Sauerstoff bewirkt die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Zum anderen überführt die Flusssäure alle Silikate in Fluorokieselsäure, die beim Abrauchen in flüchtiges Siliziumtetrafluorid und Flusssäure zerfällt und so die Silikate aus dem System entfernt:

$SiO_2 + 6\ HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2\ H_2O$

$H_2SiF_6 \rightarrow SiF_4 + 2\ HF$

Organische Substanzen werden in diesem Aufschluß vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen werden bis auf wenige spezielle Fälle (z.B. manche Zirkonverbindungen, Topas) vollständig aufgeschlossen.

Zur Beschleunigung und Vervollständigung des Aufschlusses sowie zur Vermeidung von Kontaminationen wird bei erhöhten Temperaturen (170 – 240°C) in verschlossenen Druckbehältern aus Kunststoff gearbeitet. Die Energiezufuhr erfolgt durch ein Mikrowellen-System.

2. Störungen:

Da die oxidierende Wirkung von Salpetersäure- / Flusssäuregemisches nicht so stark ist wie die der reinen Salpetersäure, hat sich im Falle hoher Kohlenstoffgehalte ein Voraufschluss mit konzentrierter Salpetersäure bewährt. Dunkel gefärbte kohlenstoffhaltige Rückstände werden dadurch vermieden.

Einige Verbindungen werden unter Umständen nicht vollständig aufgeschlossen, wenn sie chemisch stabil oder die Proben nicht fein genug gemahlen sind. In einigen Fällen können auch beim Aufschluss schwerlösliche Phasen ausfallen. Betroffen durch unvollständigen Aufschluss oder Ausfällung können beispielsweise folgende Elemente bzw. Phasen sein: Oxide von Al und Ti; Fluoride von Al, Ca; Sulfate von Ba, Pb, und Sr. Nach dem Abrauchen hat sich ein zusätzlicher Löseschritt mit verdünnter Salpetersäure bei etwa 150°C unter Druck bewährt.

Es besteht hohe Kontaminationsgefahr. Kontaminationen lassen sich durch Spülen der verwendeten Geräte mit verdünnter Salpetersäure nachhaltig zurückdrängen. Als Aufschlussgefäße sind speziell für diese Anwendung entwickelte Teflonbehälter oder artverwandte Materialien zu verwenden. Dadurch wird der Gefahr von Memory-Effekten erheblich gemindert.

3. Geräte und Zubehör:

Mikrowellenofen mit Teflon-Aufschluss-Behältern inkl. Abraucheinheiten (siehe Anmerkung 1)
Waage (mindest Genauigkeit ± 0,1 mg)
Wägeschiffchen (wenn nicht direkt in die Aufschlussbehälter eingewogen wird)
Messkolben 50 ml Duran-Glas oder PFA-Messkolben
Trichter
PFA-Flaschen 50 ml
Spatel z.B. aus Keramik
Pipetten

Anmerkungen:

1. Auf dem Markt werden eine Reihe sehr hoch entwickelter Druck-Aufschluss-Systeme auf Basis der Mikrowellentechnologie angeboten. Sie erlauben ein sicheres Arbeiten mit der stark giftigen Flusssäure. Moderne Geräte lassen nicht nur eine Druck- sondern häufig auch eine Temperaturkontrolle zu. Die Aufschlussparameter (Temperatur / Energie, Zeit, Druck) sind mit dem Ziel eines Gesamt-Aufschlusses für das jeweilige Aufschluss-System zu optimieren.
   Die Herstellerfirmen bieten meist Komplettlösungen mit einer Abrauch-Einheit für Flusssäure an. Dadurch wird ein Höchstmaß an Arbeitssicherheit und Kontaminationsfreiheit gewährleistet. Die Angaben des Geräteherstellers sind dabei unbedingt zu beachten.

4. Chemikalien:

Salpetersäure, HNO_3, 65 % (σ = 1,40 g/ml) subboiled oder vergleichbare Reinheit
Flusssäure, HF, 40% (σ = 1,13 g/ml), p.A oder suprapur
NaOH, techn.
Borsäure: H_3BO_3 (techn.)

5. Lösungen:

Absorptionslösung Natronlauge: nach Angaben der Hersteller der Adsorptionseinheit
und/oder
Adsorptionslösung Borsäure: gesättigte Lösung

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:

Für den jeweiligen Gerätetyp sind die Angaben und Empfehlungen des Herstellers zu beachten. Die folgenden Ausführungen sind daher sinngemäß auf das zur Verfügung stehende Aufschlusssystem zu übernehmen.

Sicherheitshinweis:
Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Aufschluss:

1.) Vorbereitung des Aufschlusssystems

Zur Reinigung können in die Aufschlussbehälter jeweils etwa 8 ml konz. HNO_3 gegeben werden. Diese werden verschlossen und in der Mikrowelle erwärmt (Reinigungsprogramm). Das Säuregemisch wird nach dem Abkühlen verworfen, die Aufschlussbehälter anschließend gründlich mit Reinstwasser gespült.

2.) Aufschluss:

200 mg Probe werden auf 0,1 mg eingewogen und können mit wenig Reinstwasser befeuchtet werden. Es erfolgt die Zugabe von 2 ml HNO_3, 2 ml HF. Vor allem bei erhöhten Kohlenstoffgehalten kann das HNO_3-Volumen erhöht werden. Mögliche Vorreaktionen werden abgewartet (am besten über Nacht). Die Belüftungsventile der Behälterdeckel bleiben hierfür geöffnet. Nach dem Schließen der Ventile/Behälter erfolgt die mikrowellenunterstützte Aufheizung.

Je nach Gerätehersteller haben sich folgende Temperatur-Zeitprogramme oder Leistungs-Zeitprogramme bewährt:

Temperatur-Zeitprogamm

Stufe	Aufheizzeit [Minuten]	Temperatur [°C]	Halte Zeit [Minuten]
1	5	100	3
2	6	150	5
3	5	200	10
4	10	220	5
5	10	230	5

Leistungs-Zeitprogramm

Stufe	Leistung [W]	Halte Zeit [Min.]
1	300	10
2	800	5
3	120	2
4	500	3
5	0	25

Nach der Stufe 5 werden die Aufschlussbehälter auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Anmerkungen:

1. Es wird jeweils eine Blindprobe (Blindaufschluss) zur Prüfung der Gefäß- und Reagenzien-Reinheit durchgeführt.
2. Es sollten sich möglichst gleich reaktive Proben auf einem Probenteller des Mikrowellen-Aufschluss-Systems befinden.

3.) Abrauchschritt:
Nach dem Abkühlen und Belüften werden die Deckel entfernt, wobei evtl. anhaftende Tropfen mit Reinstwasser in den Aufschlussbehälter gespült werden. Die Innenbehälter werden mit den für das Abrauchen vorgesehenen Deckeln verschlossen und in den Drehteller der Abraucheinheit gestellt. Zum Abrauchen der Säuredämpfe wird die verschraubte Einheit in der Mikrowelle mit Absorptionsflaschen verbunden, die an einer Unterdruckpumpe angeschlossen sind. Die Säuredämpfe werden im Waschsystem nach Herstellerangaben mit gesättigter Borsäure und/oder Natronlauge neutralisiert. Es folgt das Abrauchen der Probe bis zur Trockene. Dazu ist ein Temperaturprogramm zu entwickeln, die ein allmähliches Einengen der Aufschlusslösung gewährleistet. Anfänglich kann etwas stärker eingeengt werden. Zum Ende muss die Energie Zufuhr vorsichtiger erfolgen, damit die ausfallenden Feststoffe nicht in die Aufschlussbehälter einbrennen. Die gesamte Prozedur dauert für gewöhnlich 1 bis 1,5 Stunden.

4.) Löseschritt:
Der Rückstand kann mit einigen Tropfen Wasser befeuchtet werden. Es werden 2ml konz. HNO_3 und anschließend 10 ml Reinstwasser zugegeben. Die Aufschlussbehälter werden in der Mikrowelle unter Druck auf bis ca. 150° C erwärmt. Der Lösungsaufschluss erfolgt, je nach Gerätehersteller, innerhalb von 10-30 Minuten.
Die klaren Lösungen werden nach dem Abkühlen mit Reinstwasser in einen Messkolben überführt.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
As	3.1.6
Ba	4.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6

Element	HFA-Methode Teil D
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6
P	44.1.6
S	54.1.6
Ti	64.1.6
Zn	73.1.6
Zr	75.1.6

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, das für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF, Methode A3.3.1: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar.

b.) Gesamtaufschluss mit $HClO_4$/HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.5: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

1. Methodenvorschrift der BZE, AG Forstl. Analytik, 11. Treffen, 1999
2. Untersuchung zum Druckaufschluss von Boden- u. Gesteinsproben, G. Ilgen und H. J. Fiedler, Chem. Erde 51 (1991), 297-305, G. Fischer Verlag, Jena
3. HF-Totalaufschluß im geschlossenen System für Element- und Spurenelementbestimmungen in Boden, Klärschlamm, Sediment u.ä. Proben, P. Schramel, G. Lill und R. Seif, Fresenius Z Anal Chem (1987; 135-138
4. Bedienungsanleitungen mega 1200 (1991) und ETHOS plus (2001), Fa. Mirkowellen-Laborsysteme GmbH, Auenweg 37, D-88299 Leutkirch
5. MARS 5 Benutzerhandbuch Vers. 1/2000 Fa. CEM GmbH, Carl-Friedrich-Gauss-Str.9, 47475 Kamp-Lintfort
6. Heinrichs, H. und A. G. Herrmann (1990): Praktikum der analytischen Geochemie. Springer, Berlin.

Boden Humus	**Königswasser-Extrakt**	**BZE Level I+II**
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11466 und DIN EN 16174, Verfahren A	**HBU: 11.9b; 3.1.3.1a und HBU 3.1.3.1f**	

1. Prinzip der Methode:

Königswasser ist eine Mischung aus 1 Teil konz. Salpetersäure 3 Teilen Salzsäure. Sie wirkt stark oxidierend durch die Entstehung von sehr reaktivem (nascierendem) Chlor und Nitrosylchlorid:

$HNO_3 + 2\ HCl \rightarrow NOCl + 2\ H_2O + Cl_2$

$Cl_2 + 2\ e^- \rightarrow 2\ Cl^-$

Dazu kommt die oxidierende Wirkung der Salpetersäure, bei der Nitrat (mit N^V) zu nitrosen Gasen (NO_x, mit N^{II-IV})umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Beim Königswasserextrakt werden organische Substanzen nahezu vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ Cl \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen werden je nach Art und Zusammensetzung ganz (z.B. leicht lösliche Oxide), unvollständig (z. B. Silikate) oder gar nicht (z.B. schwer lösliche Sulfide) aufgeschlossen.

2. Störungen:

Karbonathaltige Bodenproben und manche Humusproben schäumen beim Extrakt stark. Es kann zum Aufsteigen des Schaums und feiner Partikel bis in den Kühler und dadurch zu einer unvollständigen Extraktion kommen. Durch Vorreaktion mit langsamer Säurezugabe und Stehen lassen der angesäuerten Proben über Nacht kann dies weitestgehend verhindert werden.

3. Geräte und Zubehör:

Aufschlussapparatur mit Aufschluss-Gläsern 250 ml und Kühlern sowie Absorptions-aufsätzen
Absaugung für nitrose Gase mit Waschflasche und Pumpe
Umlauf-Kühlgerät für Kühler
Analysenwaage (Wägegenauigkeit +/- 1 mg)
Messkolben Duran 100 ml
PFA-Flaschen oder PE-Flaschen, 100 ml
Glastrichter
Polyamidspatel
Variable Pipette mit 25 ml-Pipettenspitzen
Geeignete Papierfilter

4. Chemikalien:

Salpetersäure HNO_3, 65 % p.a.

Salzsäure HCl, 37 % p.a.

5. Lösungen:

verd. Säure (0,65 %): in eine säuregespülte 1 l-PE-Flasche werden 10 ml HNO_3 konz. gegeben und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt

Spülsäure (2,6 %): in einen säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml HNO_3 konz p.a. gegeben und mit H_2O demin. Auf 5 l aufgefüllt

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 oder A1.3.2 und A1.4.1

Anmerkungen:

1. Im Rahmen der BioSoil- und Level II-Programme ist der Königswasseraufschluss an der gesiebten Probe durchzuführen!

7. Durchführung:

a.) Durchführung des Extraktes

In die Aufschlussgläser werden jeweils mindestens 1 g analysenfeine Probe mit der Analysenwaage eingewogen und die Gefäße in ein Tragegestell gestellt. Unter dem Abzug werden den Proben vorsichtig jeweils soviel HCl konz. p.a. und HNO_3 konz. p.a. mit der variablen Pipette im Aufschlussgefäß zugesetzt, dass für Bodenproben das ungefähr das Verhältnis 3 g Boden zu 21 ml HCl zu 7 ml HNO_3 und für Humusproben das Verhältnis 1 g Humus zu 15 ml HCl zu 5 ml HNO_3 erreicht wird. (z.B. 1 g Boden + 7,5 ml HCl + 2,5 ml HNO_3 oder 2 g Boden + 15 ml HCl + 5 ml HNO_3) Bei stark schäumenden Proben darf die Säure dann nur in sehr kleinen Schritten zugesetzt werden.

Das Tragegestell mit den Aufschlussgefäßen wird in die Aufschlussapparatur gestellt, die Kühler auf die Gefäße und anschließend die mit verd. Salpetersäure gefüllten Absorptionsaufsätze auf die Kühler gesetzt. Über Nacht bleiben die Proben zum Vorreagieren in der kalten Aufschlussapparatur unter dem Abzug stehen.

Am nächsten Morgen wird das Kühlgerät für den Kühlkreislauf der Rückflusskühler (18 °C) angeschaltet und der Aufschlussblock langsam (innerhalb von ca. 1,5 Std.) auf 170 °C hochgeheizt (Siedetemperatur) und 2 Stunden bei dieser Temperatur gehalten (unter Rückfluss und bei Atmosphärendruck).

Während der Extraktion ist darauf zu achten, ob durch starkes Schäumen Schaum und Probenmaterial in den Rückflusskühler steigen. In diesem Fall ist es angebracht, nach Abnehmen des Adsorptionsgefäßes mit etwas verd. Salpetersäure das Material aus dem Kühler zurückzuspülen und die Absorptionsaufsätze wieder aufzusetzen.

Nach Beendigung der Extraktion und dem Abkühlen der Aufschlussgefäße werden die Säuren aus den Adsorptionsgefäßen in die jeweiligen Aufschlussgefäße gekippt, die Aufschlussgefäße in dem Tragegestell aus der Aufschlussapparatur genommen und die Extraktionslösungen in die 100 ml Messkolben überführt. Dazu werden die

Messkolben mit Glastrichter und gespülten, mit Pinzette eingelegtem, säuregespültem Filterpapier aufgestellt und die Lösungen der Reihe nach überführt. Die Extraktionslösung und der Rückstand werden aus dem Gefäß vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3 mal mit wenig verd. Salpetersäure nachgespült. Zum Schluss wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas verd. Salpetersäure gespült. Der Messkolben wird mit der verd. Salpetersäure auf 100 ml aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Extraktionslösung wird danach in eine gespülte PFA- oder PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:

1. Wegen der Freisetzung von nitrosen Gasen ist es sinnvoll, mit einer PVC-Absaugvorrichtung, die auf die Absorptionsaufsätze aufgesetzt wird, die Gase mittels einer Pumpe durch eine mit verd. NaOH gefüllte Waschflasche abzusaugen.
2. Wenn möglich sollte die langsame Aufheizung des Aufschlussblockes durch ein Temperatur-Programm gesteuert sein und die Endtemperatur von 170 °C geprüft werden (Gefahr von Minderbefunden bei Unterschreitung).
3. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:
   Aufschluss-Gläser:
   Nach jeder Extraktion innerhalb der Serie werden die Aufschluss-Gläser (250 ml) mit heißem Wasser gründlich gespült und dabei mechanisch mit einer Bürste und etwas Spülmittel gereinigt, um festgebackte Silikatrückstände möglichst zu entfernen. Danach werden die Gefäße in der Spülmaschine mit heißem demin. Wasser gereinigt und anschließend mit Spülsäure bis zur Oberkante gefüllt und mind. 1 Std. stehengelassen. Zum Schluss wird die Spülsäure ausgekippt und die Gefäße gründlich mit demin. Wasser ausgespült. Im Trockenschrank werden die Gefäße bei 105 °C getrocknet.
   Rückflusskühler:
   Die Rückflusskühler werden im Aufschlussgestell durch Untersetzen einer Spülwanne mit einer Spritzflasche (oder über einen Schlauch vom Wasserhahn der Reinstwasseranlage) von oben zuerst mit demin. Wasser, dann mit Spülsäure und anschließend wieder mit demin. Wasser durchgespült.
   Absorptionsaufsätze:
   Die Absorptionsaufsätze werden mit einer Spritzflasche zuerst mit Wasser, dann mit Spülsäure und anschließend mit demin. Wasser durchgespült.
   Messkolben:
   Die 100 ml-Messkolben und die Glastrichter werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. vorgespült und anschließend mit Spülsäure gefüllt bzw. abgespült. Nach dem Abspülen mit demin. Wasser werden sie auf dem Abtropfgestell getrocknet.
   Variopette:
   Die Variopette zum Dosieren der konz. HNO_3 und HCl muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als 1 Serie verwendet werden.
   Papierfilter:

25 Filter werden zuerst gefaltet und in eine Nutsche gelegt. Sie werden zuerst mit Spülsäure 2,6 % durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. säurefrei gespült.

PFA/PE-Flaschen:

Die PFA-Flaschen bzw. PE-Flaschen werden mit 2,6 %-Spülsäure vorgespült.

b.) Bestimmung der Elementgehalte in der Extraktionslösung

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
Hg	**47.1.6**
S	**54.1.6**
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepasste Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gesamtaufschluss mit HF/HNO_3, Methode A3.3.1: Methodenvergleich siehe Anhang 1

b.) Gesamtaufschluss mit HF/HNO_3, Methode A3.3.1: Untersuchungen im Rahmen von Ringanalysen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik haben ergeben, dass mit dem Königswasser-Extrakt im Vergleich zum Totalaufschluss bei Humusproben außer Na, K, Mg und Al alle weiteren Nährelemente und die meisten Schwermetalle nahezu zu 100 % erfasst werden (König u. Wolff 1993). Bei Mineralböden konnten Hornburg u. Lüer (1999 und 2002) für die Elemente As, Ca, Fe, Mg, Ni, P, Pb und S hohe und für Cd, Co, Cu, Hg, Mn und Zn zum Teil sehr hohe Extraktionsausbeuten im Vergleich zum Totalaufschluss finden. Die umfangreichsten Vergleichsuntersuchungen zwischen den beiden Aufschlüssen haben Utermann u.a. (2000) bezüglich extrahierbarer Schwermetalle durchgeführt. Sie kommen auf Grund von Regressionsanalysen zu dem Ergebnis, dass je nach Boden- und Gesteinsart unterschiedliche Umrechnungsfunktionen verwendet werden müssen, um vom Königswasser-extrahierbaren Anteil auf den Gesamtgehalt schließen zu können.

c.) Königswasser-Extrakt, Methode A3.3.3, Vergleich des Extraktes von gesiebten und gemahlenen Proben: siehe Anhang 2

d.) HNO_3-Druckaufschluss, Methode A3.3.4: Vergleich siehe Anhang 1 in der Methode A3.3.3

9. Literatur:

1. DIN ISO 11466, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11466, Bodenbeschaffenheit - Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente
2. DIN Deutsches Institut für Normung e. V. (Herausgeber); DIN EN 16174, November 2012. Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Aufschluss von mit Königswasser löslichen Anteilen von Elementen; Deutsche Fassung prEN 16174:2010-12
3. Hornburg, Volker (2002): Vergleich von Methoden zur Bestimmung des Gesamtgehalts von Haupt und Spurenelementen in Böden; Bericht im Rahmen des Untersuchungsvorhabens „Schwermetalle in Mineralbodenproben aus dem BZE-Projekt; Geologischer Dienst NRW, 2002, 116 Seiten (Download: http://www.gd.nrw.de//a_pjarch.htm#boden)
4. Hornburg, und Lüer, B. (1999): Vergleich zwischen Total- und königswasser-extrahierbaren Elementgehalten in natürlichen Böden, J. Pant Nutr. Soil Sci.,162, 131-137
5. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden OAKW1.1 Boden und Humus
6. König u. Wolff (1993): Abschlußbericht über die Ergebnisse und Konsequenzen der im Rahmen der bundesweiten BZE durchgeführten Ringanalysen; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 33

7. Sulcek u. Povondra (1989): Methods of Decomposition in Inorganic Analysis, Boca Raton
8. Utermann, J., Düwel, O., Gäbler, H.-E., Hindel, R. (2000): Beziehung zwischen Totalgehalten und Königswasser extrahierbaren Gehalten von Schwermetallen in Böden. - Rosenkranz/Einsele/Harreß (Hrsg) BoS 32. Lfg. XI/00, Kap. 1600, 36 pp.

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der Gehaltsbestimmungen in Bodenproben und Humusauflagen zwischen den Methoden A3.3.3 (Königswasser-Extrakt) und A3.3.1 (Gesamtaufschluss)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.3.3 (in Anlehnung an DIN ISO 11466):** genaue Methodenbeschreibung siehe dort; offener Aufschluss mit Salz- und Salpetersäure (Mischung 3:1)
b. **A3.3.1:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Druckaufschluss mit Salpeter- und Flusssäure

2. Durchführung:

An 525 Bodenproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die Extrakte bzw. Aufschlüsse mit beiden genannten Methoden gewonnen und die Elementgehalte bestimmt.

3. Ergebnisse:

Für einige Elemente sind die Unterschiede zwischen beiden Methoden erheblich und zudem abhängig vom Bodenmaterial. Für Al, K, Na und Cr gibt es praktisch keinen Zusammenhang zwischen den beiden Methoden; im Gesamtaufschluss wird deutlich mehr gefunden (siehe Graphiken 1 bis 4). Bei den Elementen Ca, Mn, Fe, S, P und Mg ist die Korrelation deutlich besser; hier gibt es Minderbefunde im Königswasseraufschluss von 5 - 23 % (in der Reihenfolge der Elemente abnehmend; siehe Graphiken 5 bis 10).

4. Literatur:

---

5. Durchführendes Labor:

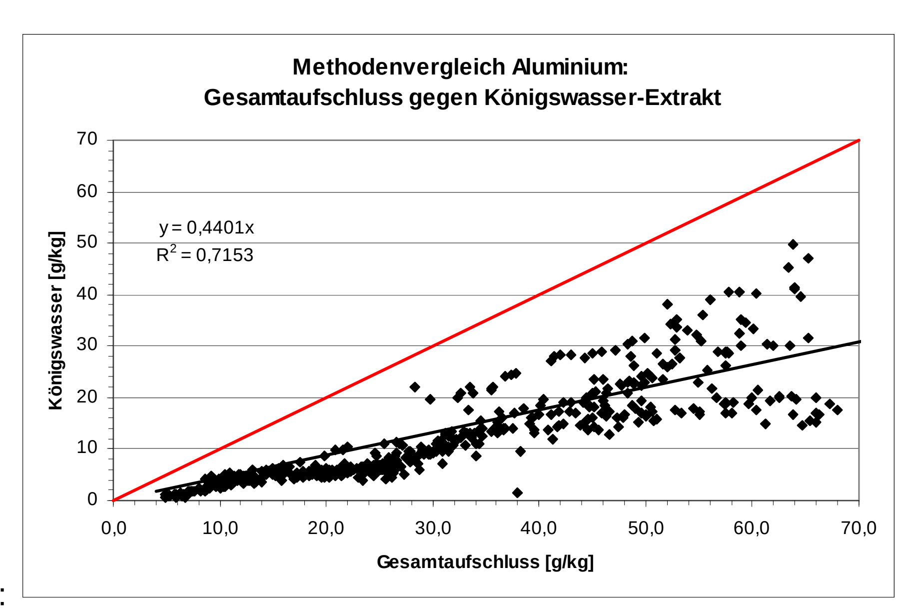
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1: Vergleich zwischen Gesamtaufschluss (x-Achse) und Königswasser-Extrakt (y-Achse) an 525 Bodenproben

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)		
Element	Korr.-Koeff.	Steigung	Bemerkungen
Al	0,715	0,44	keine Übereinstimmung
Ca	0,986	0,96	gute Übereinstimmung; nur Daten eines Standortes weichen ab
Fe	0,995	0,90	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 10 %
K	0,299	0,18	keine Übereinstimmung
Mg	0,987	0,77	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 25 %
Mn	0,987	0,91	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 10 %
Na	0,012	0,03	keine Übereinstimmung
P	0,987	0,83	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 20 %; nur Daten eines Standortes weichen ab
S	0,983	0,88	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 12 %
Cd			
Co	0,987	0,84	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 15 %
Cr	0,959	0,42	keine Übereinstimmung
Cu	0,982	0,96	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 5 %
Ni	0,996	1,04	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 5 %
Pb	0,974	0,86	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 15 %
Zn	0,976	0,91	relativ gute Übereinstimmung; Abweichungen bis 10 %

Graphik 1:



Methodenvergleich Kalium:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,1754x
R^2 = 0,2988

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

Graphik 2:

Methodenvergleich Natrium:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,0301x
R^2 = 0,0112

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

Graphik 3:

Methodenvergleich Chrom:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,4235x
R^2 = 0,9588

Königswasser [mg/kg]
Gesamtaufschluss [mg/kg]

Graphik 4:

Graphik 5:

Methodenvergleich Calcium:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,9581x
R^2 = 0,9856

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschlus [g/kg]

Graphik 6:

Methodenvergleich Eisen:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,9019x
R^2 = 0,9949

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschlus [g/kg]

Graphik 7:

Methodenvergleich Mangan:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,9129x
R^2 = 0,9905

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

Methodenvergleich Magnesium:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

$y = 0{,}7746x$
$R^2 = 0{,}9873$

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

Graphik 8:

Methodenvergleich Phosphor:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

$y = 0{,}8262x$
$R^2 = 0{,}9865$

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

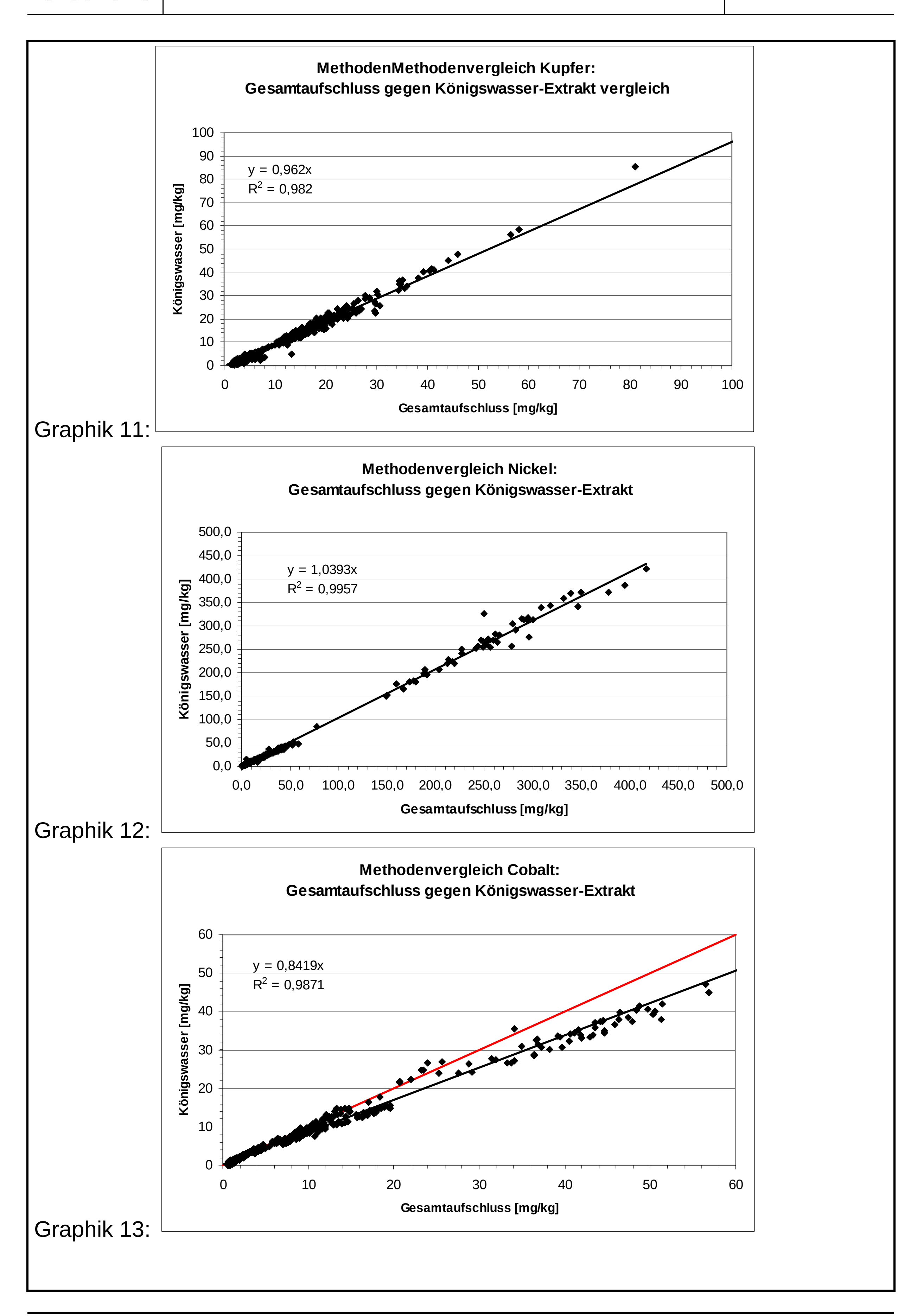
Graphik 9:

Methodenvergleich Schwefel:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

$y = 0{,}8836x$
$R^2 = 0{,}983$

Königswasser [g/kg]
Gesamtaufschluss [g/kg]

Graphik 10:



Graphik 11:

Graphik 12:

Graphik 13:

Methodenvergleich Blei:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,8572x
R2 = 0,9736

Königswasser [mg/kg]
Gesamtaufschluss [mg/kg]

Graphik 14:

Methodenvergleich Zink:
Gesamtaufschluss gegen Königswasser-Extrakt

y = 0,9052x
R^2 = 0,9763

Königswasser [mg/kg]
Gesamtaufschluss [mg/kg]

Graphik 15:

ANHANG 2

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der Gehaltsbestimmungen in gesiebten und gemahlenen Bodenproben mit der Methode A3.3.3 (Königswasser-Extrakt)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.3.3, gesiebte Proben:** genaue Methodenbeschreibung siehe diese Methode
b. **A3.3.3, gemahlene Proben:** genaue Methodenbeschreibung siehe diese Methode

2. Durchführung:

An 386 Bodenproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden Königswasser-Extrakte sowohl an den gesiebten als auch den gemahlenen Proben durchgeführt und die Gehalte bestimmt.

3. Ergebnisse:

Für die meisten Elemente sind die Ergebnisse gut vergleichbar, wobei Abweichungen von +/- 5 % im Wesentlichen auf die Streuung beim Königswasser-Extrakt an gesiebten Proben zurückzuführen ist, da es schwierig ist, aus einem Probengefäß eine repräsentative gesiebte Teilprobe zu entnehmen (siehe hierzu auch Anhang 1 in Methode A1.3.2). Lediglich für die Elemente Al, K, und Na sowie in Einzelfällen für die Elemente Ca, P und Cr werden an gemahlenen Proben bis zu 30 % höhere Ausbeuten im Königswasserextrakt erzielt (siehe Graphik 1 bis 15 und Tabelle 1), da bestimmte Minerale bei feiner Vermahlung der Probe und somit größeren Oberflächen besser aufgeschlossen werden.

4. Literatur:

---

5. Durchführendes Labor:

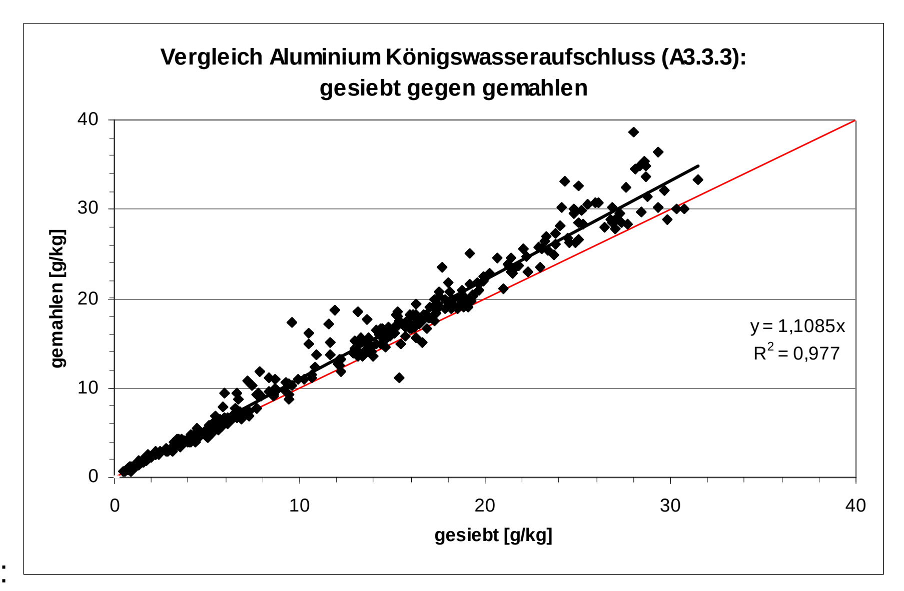
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

6. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1: Vergleich Königswasser-Extrakt zwischen gesiebten (x-Achse) und gemahlenen (y-Achse) Bodenproben (n=386)

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)		
Element	Korr.-Koeff.	Steigung	Bemerkungen
Al	0,98	1,11	
Ca	0,99	1,09	Proben an einigen Standorten mit Mehrbefunden bei gemahlenen Proben
Fe	0,99	1,00	
K	0,96	1,31	
Mg	0,99	1,03	
Mn	0,93	0,97	
Na	0,51	1,17	
P	0,97	0,99	Proben an einigen Standorten mit Mehrbefunden bei gemahlenen Proben
S	0,96	1,02	
Co	0,96	0,98	
Cr	0,97	1,07	Proben an einigen Standorten mit Mehrbefunden bei gemahlenen Proben
Cu	0,99	1,00	
Ni	0,98	0,97	
Pb	0,98	0,94	
Zn	0,99	0,94	

Graphik 1:



Vergleich Kalium Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]

gesiebt [g/kg]

y = 1,3077x

R^2 = 0,9551

Graphik 2:

Vergleich Natrium Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]

gesiebt [g/kg]

y = 1,1655x

R^2 = 0,5114

Graphik 3:

Vergleich Calcium Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]

gesiebt [g/kg]

y = 1,0876x

R^2 = 0,9864

Graphik 4:

Vergleich Phosphor Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]
y = 0,9862x
R^2 = 0,9675

Graphik 5:

Vergleich Eisen Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]
y = 1,0043x
R2 = 0,9928

Graphik 6:

Vergleich Magnesium Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]
y = 1,0322x
R^2 = 0,9851

Graphik 7:

Graphik 8:

Vergleich Mangan Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 0,9723x
R^2 = 0,9302

gemahlen [g/kg]: 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3
gesiebt [g/kg]: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0

Graphik 9:

Vergleich Schwefel Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 1,0168x
R^2 = 0,9596

gemahlen [g/kg]: 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8
gesiebt [g/kg]: 0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8

Graphik 10:

Vergleich Chrom Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 1,0698x
R^2 = 0,966

gemahlen [g/kg]: 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60
gesiebt [g/kg]: 0,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0

Vergleich Cobalt Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 0,9769x
R^2 = 0,9557

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]

Graphik 11:

Vergleich Kupfer Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 1,0008x
R^2 = 0,9888

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]

Graphik 12:

Vergleich Nickel Königswasseraufschluss (A3.3.3): gesiebt gegen gemahlen

y = 0,9748x
R^2 = 0,9778

gemahlen [g/kg]
gesiebt [g/kg]

Graphik 13:

Vergleich Blei Königswasseraufschluss (A3.3.3):
gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]
60
50
40
30
20
10
0
0,0 10,0 20,0 30,0 40,0 50,0 60,0
gesiebt [g/kg]

$y = 0{,}9448x$
$R^2 = 0{,}98$

Graphik 14:

Vergleich Zink Königswasseraufschluss (A3.3.3):
gesiebt gegen gemahlen

gemahlen [g/kg]
250
200
150
100
50
0
0,0 50,0 100,0 150,0 200,0 250,0
gesiebt [g/kg]

$y = 0{,}9443x$
$R^2 = 0{,}9869$

Graphik 15:

Boden Humus	HNO_3-Extrakt unter Druck	Länder (NI)
Norm: ---	**HBU: 11.9d**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure-Extrakt ist ein oxidierender Extrakt, bei dem Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_x, mit N^{II-IV}) umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$$

Organische Substanzen werden vollständig aufgeschlossen:

$$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$$

Mineralische Substanzen werden je nach Art und Zusammensetzung teilweise ganz (z.B. leicht lösliche Oxide), teilweise jedoch unvollständig (z. B. Silikate) oder gar nicht (z.B. schwer lösliche Sulfide) gelöst. Elemente wie Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S oder Zn werden aus Böden zu 80 -100 % mit Salpetersäure extrahiert, während Elemente wie Al, Cr, K, Na, oder Si nur zu 5 – 50 % in die Lösungsphase überführt werden.
Bei Humus-Proben wird der organische Anteil nahezu vollständig, der mineralische Anteil jedoch nur zu den oben angegebenen Anteilen gelöst. Daher ist der Extrakt nur geeignet für die Erfassung der Hauptelemente K, Na, Mg, Ca, Mn, Fe, Al, P, S sowie die Schwermetalle im organischen Material der Probe.
Der Extrakt wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure bei 170 bis 190 °C extrahiert werden kann.

2. Störungen:

Ein häufiges Problem sind Kontaminationsprobleme bei allen verwendeten Gefäßen, Geräten und Filtern, die dann zu überhöhten Werten führen. Diese Störungen können durch die Verwendung anderer Gefäße und Geräte sowie durch Spülen mit sauren Spüllösungen behoben werden.

3. Geräte und Zubehör:

Druckaufschlußblöcke mit Teflonbechern
Trockenschrank
Waage
Meßkolben
PE-Flaschen
Glastrichter
Keramikspatel
Keramikpinzette
Variopette mit 6 ml Pipettenspitzen
Geeignete Papierfilter

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a.

5. Lösungen:

Spülsäure: in einen säuregespülten 5 l Meßkolben werden 200 ml konz. HNO_3 (p.a.) gegeben und mit H_2O demin. aufgefüllt.

Spülsäure p.a. plus: in einem säuregespülten 5 l Meßkolben werden 200 ml HNO_3 konz. p.a. plus mit H_2O demin. reinst aufgefüllt.

Spülsäure 5 % p.a. plus: 80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Meßzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:

a.) Durchführung des Extraktes

In die Teflonbecher werden jeweils ca. 500 mg Bodenprobe bzw. 100 mg Humusprobe mit der Analysenwaage eingewogen. Unter dem Abzug werden jeweils 2 ml HNO_3 konz. p.a. mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Bodenproben zugesetzt.

Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Danach werden die Teflon-Deckel aufgelegt, die Teflonbecher in den Aufschlußblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb 1 Stunde) auf 170-175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.

Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie unter einem Abzug. Die Teflondeckel werden beim Abheben vom Becher etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann.

Zur Überführung der Extrakte werden 50 ml-Meßkolben aufgestellt, Glastrichter eingesetzt und gespülte Filterpapiere (Schwarzband) mit Pinzette eingelegt. Die Teflondeckel werden mit wenig H_2O demin. über dem Trichter abgespült. Der Extrakt und der Rückstand werden aus den Teflonbechern vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3-mal mit wenig H_2O demin. nachgespült. Zum Schluß wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas H_2O demin. gespült. Der Meßkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen, umgeschüttelt und der Extrakt anschließend in PFA- oder PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:

1. Während der gesamten Extraktionszeit treten nitrose Gase aus dem Aufschlussblock aus. Deshalb muß der Aufschluss-Trockenschrank bzw. die Heizplatte

2. unter einem Abzug stehen bzw. der Aufschlußschrank mit einer Absaugvorrichtung und Waschflasche mit verd. NaOH versehen sein.
3. Befindet sich in einem Teflonbecher nach dem Extrakt keine Flüssigkeit mehr, so war der Becher nicht richtig verschlossen. Die Probe muß dann wiederholt werden.
4. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:
   Teflonbecher:
   Vor Beginn einer Extraktionsserie wird zur Reinigung der Teflongefäße ein Blindaufschluß mit allen Gefäßen durchgeführt.
   Nach jedem Extrakt innerhalb der Serie werden die Teflonbecher mit Spülsäure 5 % bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60°C (niemals über 60°C !) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.
   Sind Proben wegen eines nicht richtig verschlossenen Bechers im Teflonbecher eingebrannt, so wird der Rückstand mit HNO_3 1-2 Stunden eingeweicht und danach ausgespült. Vor der Wiederverwendung muß ein Blindaufschluß durchgeführt werden!
   Mit der Zeit auftretende weiße Al-Oxid-Ablagerungen an den Metallmänteln der Teflonbecher werden mit einer Kunststoff-Bürste entfernt.
   Meßkolben:
   Die 50 ml-Meßkolben werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. gespült und anschließend mit Spülsäure bis zum Rand gefüllt und dann der Stopfen eingesetzt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag wird die Spülsäure ausgekippt und die Kolben mit H_2O demin. säurefrei gespült.
   Trichter:
   Die Glastrichter werden in der Spülmaschine gespült und anschließend in ein großes Becherglas mit Spülsäure gelegt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag werden sie aus dem Säurebad genommen und mit H_2O demin. abgespült. Das Säurebad muß regelmäßig gewechselt werden.
   Szintillationsgefäße (alternativ: PE-Flaschen):
   Die Szintillationsgefäße werden vor der Benutzung in ein Becherglas mit Spülsäure über Nacht eingelegt und am nächsten Tag mit H_2O demin. säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet. Nach der Verwendung für das Abfüllen der Aufschlußlösungen werden die Szintillationsgefäße entleert und dann entsorgt.
   Filter:
   Die Papierfilter werden zuerst gefaltet und dann jeweils 50 Stück in eine Nutsche gelegt. Sie werden dann mit 2 l Spülsäure p.a. plus durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. säurefrei gespült.
   Übrige Geräte:
   Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. Gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Veraschung der Filter:
Zur Bestimmung der Rückstandsmenge bzw. des SiO_2-Gehalts werden die Filter mit dem Rückstand im Muffelofen verascht. Dazu werden die Filter mit dem Rückstand mit einer Pinzette aus den Trichtern genommen und so in Porzellantiegel gestopft, daß die Filter nicht aus dem Tiegel herausschauen. Die Porzellantiegel werden im Muffelofen zur Veraschung der Filter samt Rückstand 4 Stunden bei 850 °C geglüht.
Nach dem Abkühlen auf ca. 100 °C werden die Tiegel mit einer Tiegelzange in Exsikkatoren gestellt.
Die Rückstandsmenge wird durch Auswiegen an der Analysenwaage wie folgt ermittelt: zunächst wird der Tiegel mit Rückstand mit einer Tiegelzange auf die Waage gestellt und die Waage mit Tara auf Null gestellt. Dann wird der Tiegel heruntergenommen und der Rückstand mit einem Pinsel ausgefegt. Nun wird der Tiegel erneut auf die Waage gestellt. Die Waage zeigt nun mit negativem Vorzeichen das Rückstandsgewicht an, das in erster Näherung dem SiO_2-Gehalt entspricht.

c.) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
As	3.1.6
Ba	4.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6
P	44.1.6
Hg	47.1.6

Element	HFA-Methode Teil D
S	**54.1.6**
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Königswasser-Extrakt, Methode A3.3.3: Vergleich siehe Anhang 1

b.) Königswasser-Extrakt, Methode A3.3.3: Bei Humusproben liefert der HNO_3-Extrakt bis auf die Elemente Al, K, Mg, Na und Cr ähnliche bis gleiche Ergebnisse. (König u. Wolff, 1993) Bei Bodenproben sind nur die Elemente P, S, Fe, Mn sowie Zn, Pb, Cu, Co und Ni vergleichbar.

c.) Gesamtaufschluss mit HF/HNO_3, Methode A3.3.1: Der HNO_3-Extrakt erfaßt lediglich S und Zn zu 100 % und kann für diese Elemente zur Bestimmung des Gesamtgehalts verwendet werden. Bei Humusproben werden außer Na, K, und Al alle weiteren Nährelemente und die meisten Schwermetalle nahezu zu 100 % erfaßt (König u. Wolff 1993).

9. Literatur:

1. Heinrichs et. al. (1989):Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 149, S. 350 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DAN1.1 Boden, DAN1.1 Humus und DAN2.2 Humus
3. König u. Wolff (1993): Abschlußbericht über die Ergebnisse und Konsequenzen der im Rahmen der bundesweiten BZE durchgeführten Ringanalysen; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 33

ANHANG 1

Fortmann, H. u. König, N. (2014):
Vergleich der Gehaltsbestimmungen in Bodenproben (P,S) und Humusauflagen (alle Elemente) zwischen den Methoden A3.3.4 (HNO_3-Extrakt unter Druck) und A3.3.3 (Königswasser-Extrakt)

1. Methodenbeschreibung der verglichenen Methoden:

a. **A3.3.4:**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; Druckaufschluss mit Salpetersäure

b. **A3.3.3 (in Anlehnung an DIN ISO 11466):**
genaue Methodenbeschreibung siehe dort; offener Aufschluss mit Salz- und Salpetersäure (Mischung 3:1)

2. Durchführung:

An 200 Humusproben und 550 Bodenproben aus dem Level II-Programm der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt wurden die Extrakte mit beiden genannten Methoden gewonnen und die Elementgehalte (bei Boden nur für P und S) bestimmt.

3. Ergebnisse:

Zwischen beiden Methoden gibt es für manche Elemente eine gute Vergleichbarkeit. Für einige Elemente jedoch sind die Unterschiede erheblich und zudem abhängig vom Humusmaterial. So stimmen bei Humusproben die Ergebnisse für die Elemente Ca, Fe, Mn, P, S, Cd, Co, Cu, Pb und Zn gut überein (keine Graphiken); bei den Elementen Al, K, Mg, Na, Cr und Ni findet man für manche Proben mit dem HNO_3-Extrakt deutlich höhere Werte (siehe Graphiken 1a bis 6a).
Für Bodenproben sind die Ergebnisse bei den Elementen P und S im Wesentlichen vergleichbar; bei einem Standort findet man für P Abweichungen. (Details siehe Tabelle 1b und Graphiken 1a und 1.2a)

4. Literatur:

---

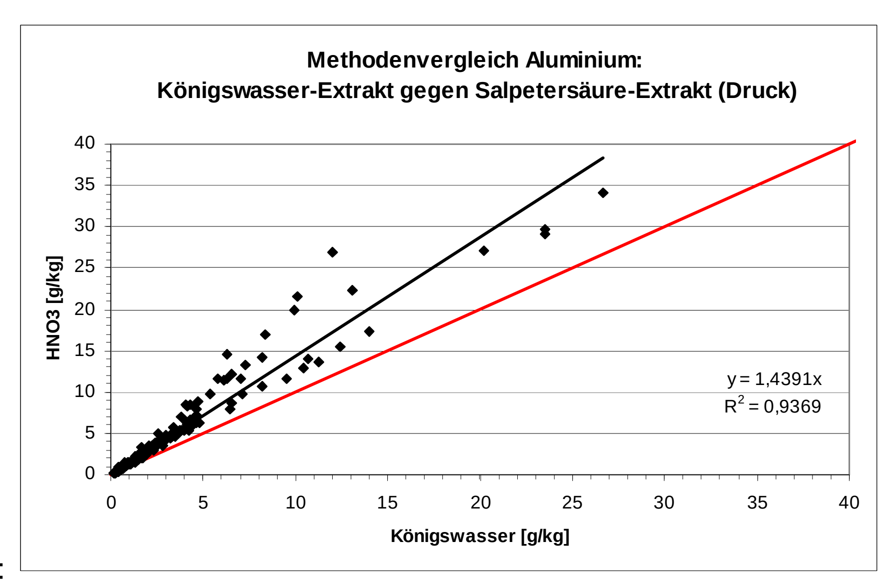
5. Durchführendes Labor:

Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt, Grätzelstr. 2, 37079 Göttingen;
e-mail: heike.fortmann@nw-fva.de; nils.koenig@nw-fva.de

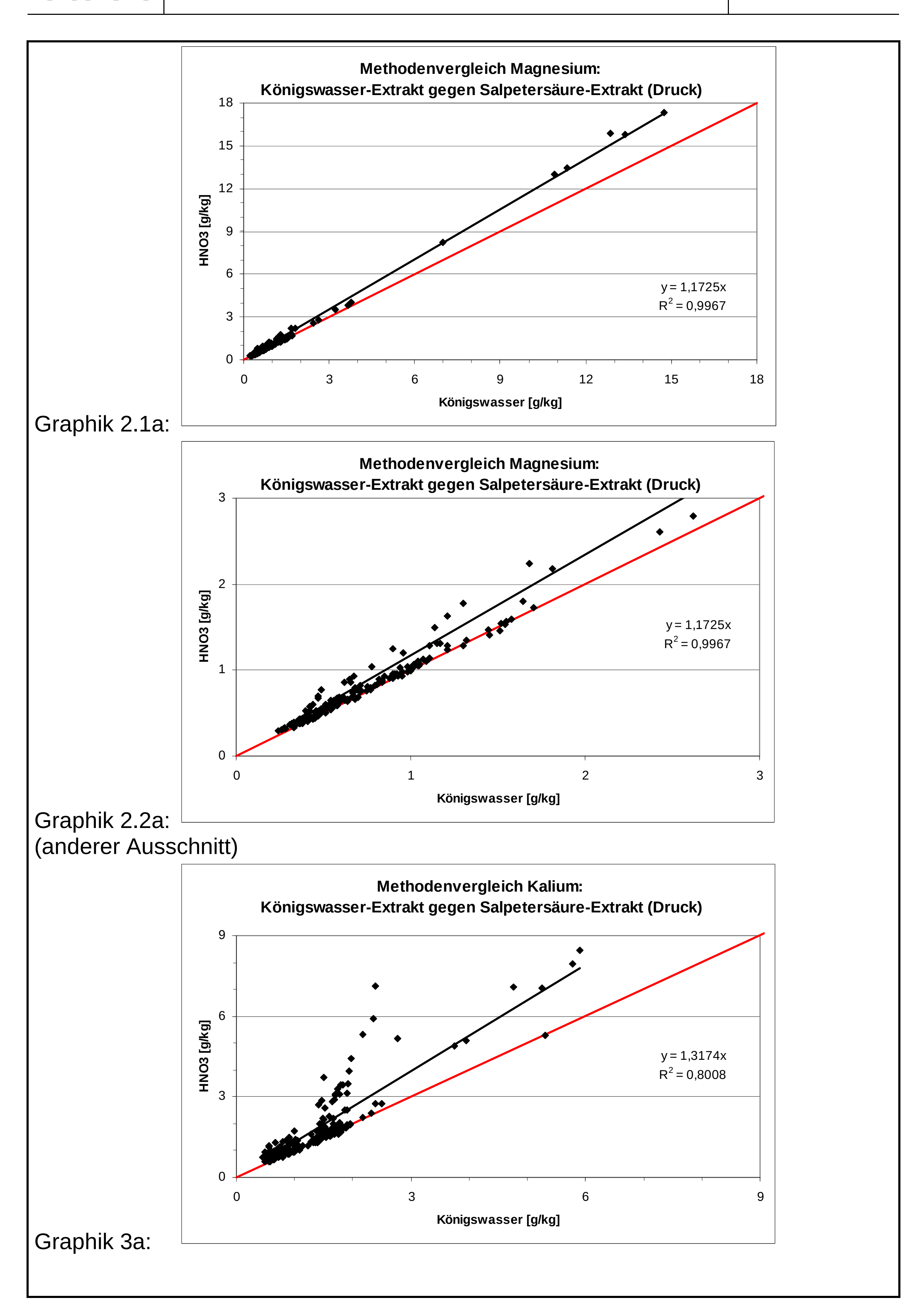
6. Tabellen und Grafiken:

Tabelle 1a: Vergleich zwischen Königswasser-Extrakt (x-Achse) und Salpetersäure-Extrakt unter Druck (y-Achse) an 200 Humusproben

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)		
Element	Korr.-Koeff.	Steigung	Bemerkungen
Al	0,93	1,44	HNO_3 immer höher; große Streuungen
Ca	0,97	1,05	
Fe	0,99	1,04	
K	0,8	1,32	Bei zahlreichen Proben HNO_3 höher; große Streuungen
Mg	0,99	1,17	Bei einigen Proben HNO_3 höher
Mn	0,99	0,97	
Na	0,77	1,14	Bei zahlreichen Proben HNO_3 höher; große Streuungen
P	0,97	0,99	
S	0,95	1,05	
Cd	0,92	0,98	
Co	0,99	1,02	
Cr	0,98	1,59	HNO_3 fast immer höher; große Streuungen
Cu	0,99	0,99	
Ni	0,99	0,99	Bei vielen Proben HNO_3 etwas höher
Pb	0,99	0,97	
Zn	0,98	1,03	



Graphik 1a:



Graphik 2.1a:

Graphik 2.2a:
(anderer Ausschnitt)

Graphik 3a:

Methodenvergleich Natrium:
Königswasser-Extrakt gegen Salpetersäure-Extrakt (Druck)

HNO3 [g/kg]
0,8
0,6
0,4
0,2
0
0,0 0,2 0,4 0,6 0,8
Königswasser [g/kg]

y = 1,1442x
R^2 = 0,7704

Graphik 4a:

Methodenvergleich Chrom:
Königswasser-Extrakt gegen Salpetersäure-Extrakt (Druck)

DAN [mg/kg]
150
120
90
60
30
0
0 30 60 90 120 150
OAKW [mg/kg]

y = 1,5881x
R^2 = 0,9861

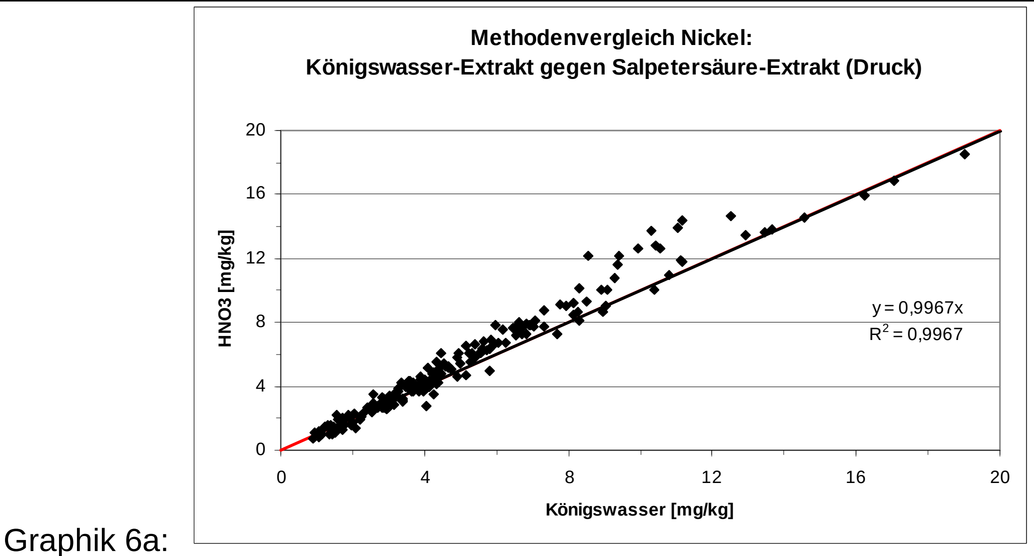
Graphik 5.1a:

Methodenvergleich Chrom:
Königswasser-Extrakt gegen Salpetersäure-Extrakt (Druck)

DAN [mg/kg]
40
30
20
10
0
0 10 20 30 40
OAKW [mg/kg]

y = 1,5881x
R^2 = 0,9861

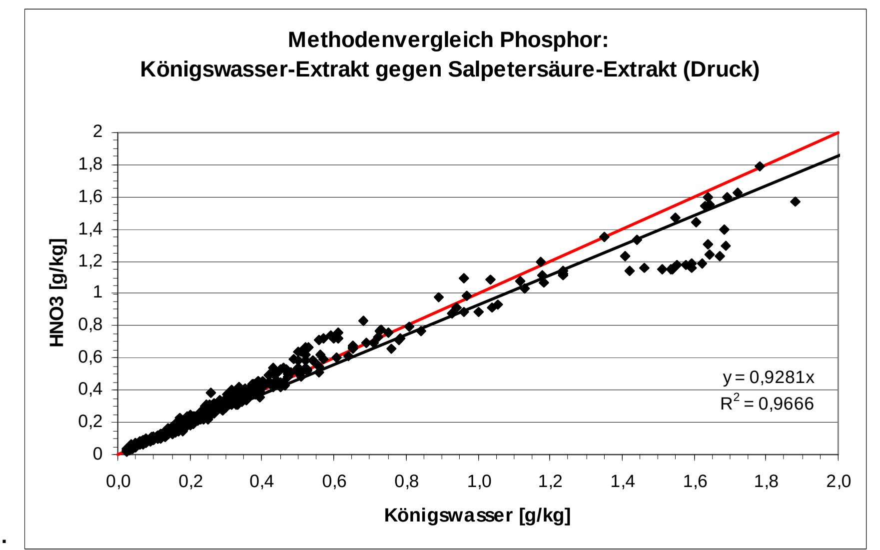
Graphik 5.2a:
(anderer Ausschnitt)



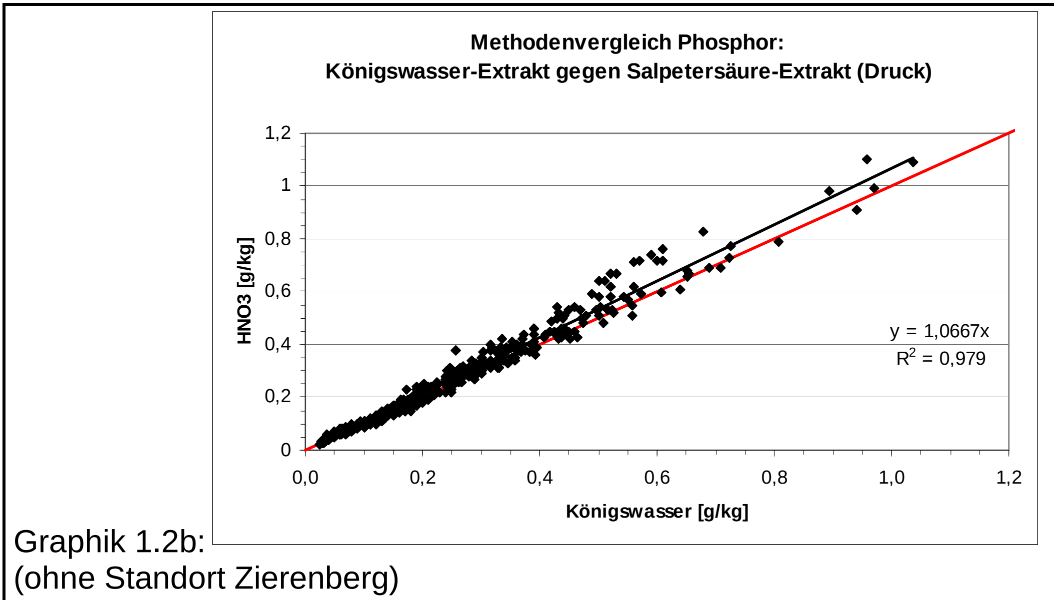
Graphik 6a:

Tabelle 1b: Vergleich zwischen Königswasser-Extrakt (x-Achse) und Salpetersäure-Extrakt unter Druck (y-Achse) an 550 Bodenproben

	lineare Korrelation (durch Nullpunkt)		
Element	Korr.-Koeff.	Steigung	Bemerkungen
P	0,97	0,93	Gute Übereinstimmung bei den meisten Proben; Abweichungen beim Standort Zierenberg
S	0,99	1,04	



Graphik 1b:



Graphik 1.2b:
(ohne Standort Zierenberg)

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit $HNO_3/HClO_4/HF$ mit Mikrowelle	Länder (SN)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Säuremischung, bestehend aus Salpetersäure (65%), Flußsäure (40%) und Perchlorsäure (70%) ermöglicht den Gesamtaufschluss von Mineralboden- und Humusproben, die unterschiedliche Verhältnisse silikatischer und organischer Bestandteile enthalten können. Der Aufschluss erfolgt unter Mikrowellen-Anregung mit Temperaturkontrolle in ummantelten Druckbehältern aus Fluorpolymer-Kunststoff. Die starke Oxidationswirkung von HNO_3 und $HClO_4$ schließt die organische Substanz in einem Aufschlussschritt vollständig auf (farblose Lösung). Silikate werden durch Flußsäure zerstört. Der Aufschluß eignet sich nicht zum Nachweis von Silizium, da es während des anschließenden Abrauchens zur Entfernung der überschüssigen Flußsäure als Siliziumtetrafluorid mit verflüchtigt wird.

2. Störungen

In Abhängigkeit vom Material der Laborgeräte und Gefäße und der Qualität der Chemikalien kann es zu Kontaminationen bei einigen Elementen kommen. Die Vorreinigung mit verdünnter Salpetersäure verringert Kontaminationen. Gegebenenfalls müssen Voruntersuchungen erfolgen. Der Aufschlussserienblindwert (-Aufschluss ohne Probe) muß in jeder Serie mindestens einmal bestimmt werden. Abweichende Aufschlussbedingungen können zu Minderbefunden führen, weshalb die Wiederfindung der Elemente mit Referenzmaterial regelmäßig zu überprüfen ist.

3. Geräte und Zubehör

Aufschluss-Gerät mit Mikrowellen-Anregung und Aufschlussbehältern (mögliches Gerät siehe Anhang 1)
Heizblockthermostat ohne Rührfunktion mit Temperatur-Steuerung (siehe Anhang 1)
Waage (Genauigkeit +/- 0,0001 g)
Spatel (Keramik)
150 ml Teflon-Becher mit Nase
50 ml PP- oder PFA-Flaschen
Pipette
Spritzflasche

Anmerkungen:

1. Der Gesamtaufschlus läßt sich prinzipiell in jedem für den Laboreinsatz vorgesehenen Druckaufschlussgerät durchführen, hier mit Mikrowellengerät, das über eine Temperaturkontrolle und -steuerung verfügt. Die Aufschlüsse dürfen nur in dafür vorgesehenen druckbeständigen Behältern, in diesem Fall aus Fluorpolymeren mit Ummantelung durchgeführt werden. Über die Eignung der Geräte und Aufschlussbehälter für diesen Aufschluß sind Informationen vom jeweiligen Hersteller einzuholen. Für die jeweilige Untersuchungsmatrix sind Voruntersuchungen zur Vollständigkeit des Aufschlusses, zur Temperaturführung während des Aufschlusses und zur Wiederfindung der interessierenden Elemente erforderlich.

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3), 65 %
Flusssäure (HF), 40 %
Perchlorsäure ($HClO_4$), 70 %
Salzsäure (HCl), 6 M

Anmerkungen:

1. Über die Qualität der verwendeten Chemikalien p.a. oder suprapur entscheidet, ob Haupt- oder Spurenelemente analysiert werden sollen und welche Lösungskonzentrationen in Abhängigkeit von Einwaage und Endvolumen erwartet werden.

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1
Die gemahlene Probe muss bei 105 °C getrocknet sein.

7. Durchführung

Sicherheitshinweise:

1. Die Arbeiten müssen in einem für Perchlorsäure und Flusssäure geeigneten Abzug durchgeführt werden!
2. Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Durchführung des Aufschlusses:

1. Aufschluss:

In die Teflonbecher des Aufschlusssystemes werden ca. 200 mg Probe (bei 105 °C getrocknet) gegeben. Dazu werden der Reihe nach zuerst 4 ml 65%ige HNO_3, Danach wieder von vorn beginnend 3 ml 40%ige HF und zum Schluss in gleicher Reihenfolge jeweils 2 ml 70%ige $HClO_4$ gegeben. Nach der Zugabe jeder Säure werden die Becher zur guten Benetzung der Proben leicht geschwenkt. Mit aufgelegtem Deckel bleibt die Mischung nun eine Stunde bei humushaltigen Proben und 15 Minuten bei silikatischem Probenmaterial stehen, damit die Vorreaktion ablaufen kann. Anschließend werden die Behälter entsprechend der Vorschrift (Bedienungsanleitung des Herstellers) verschlossen und in das Aufschlussgerät mit Mikrowellen-Anregung eingesetzt. Das Aufschlussprogramm wird gestartet. Die Proben werden in 3 Schritten insgesamt 30 Minuten bei maximal 200 °C aufgeschlossen. Im Anschluss werden die Aufschlussbehälter 30 Minuten im Gerät abkühlen gelassen (Vorschlag für ein Ablauf-Programm siehe Anhang 1). Die Aufschlussbehälter werden danach unter Beachtung der Sicherheitshinweise und entsprechend den Vorschriften des Geräteherstellers geöffnet.

2. Abrauchschritt

Die Proben werden quantitativ in Abrauchbecher aus Teflon überführt. Dabei sind Behälter und Deckel mit möglichst wenig deionisiertem Wasser sorgfältig abzuspülen. Das Abrauchen erfolgt im Abzug in einem der Gefäßgröße angepaßten Blockthermostat bei 180 °C bis fast zur Trockne. Danach werden mit 0,5 ml 6 N HCl und 5 ml 65%iger HNO_3 aufgenommen und wiederum bei 180 °C bis fast zur Trockne eingedampft. Die Behälter werden nun dem Blockthermostat entnommen, mit 3 Tropfen 6 N HCl, 2 ml 65%iger HNO_3 und 10 ml deionisiertem Wasser versetzt. Bei Erreichen von 90 °C werden die Behälter wieder in den Thermostaten gesetzt und dort 1 Stunde bei dieser Temperatur zum Lösen der Salze erhitzt. Die Abrauchschritte dauern insgesamt etwa 5 Stunden. Die entstandene Lösung muß farblos, klar und rückstandsfrei sein. Sie wird quantitativ in 50 ml Maßkolben überführt und mit deionisiertem Wasser bis zum Eichstrich aufgefüllt. Für den Fall, dass hierbei (tritt z.T. bei Mineralbodenproben auf) ein opaliszierender Niederschlag entsteht, ist der Aufschluss mit geringerer Einwaage (50 oder 100 mg) zu wiederholen. Die Probelösungen werden in PP- oder PFA-Flaschen bei Zimmertemperatur gelagert.

Anmerkungen:

1. Durch elektrostatische Aufladungen kann es beim Einwiegen der Proben in die Teflonbecher zum „Verfliegen“ von Probenteilchen kommen. Das kann durch folgende einzelne oder kombinierte Maßnahmen unterbunden oder vermieden werden: Kleidung aus Baumwolle tragen; antistatischer Fußbodenbelag; Antistatikschuhe; Verwendung von Wägepapier; Waage erden; Teflongefäße mit Antistatik Instrument entladen.
2. Das Absaugsystem muß für Perchlorsäure geeignet sein und über einen Gaswäscher verfügen.
3. Beachtung der Sicherheitsvorschriften und der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller.
4. Zusammen mit den Proben sind Referenzmaterial und Vergleichsproben sowie der Blindwert für die Analysenserie mit zu analysieren.
5. Zu starkes Erhitzen („Rösten“ bis zur Trockne) des Abrauchrückstandes sollte vermieden werden, da dadurch Oxide entstehen, die beim Weiterverarbeiten ungelöst bleiben können.
6. Die Aufschlussbehälter werden nach dem Aufschluss auf mögliche Ablagerungen oder Verfärbungen geprüft. Rückstände sind die Folge unvollständiger Aufschlüsse. Durch zu starken probebedingten Druckaufbau oder Verschleiß im Dichtungsbereich zwischen Behälter und Deckel kann es zu einem Abblasen der Aufschlusssäuren kommen. Die Behälter sind zu überprüfen, ggf. zu erneuern und die Ablagerungen mit einem weichen Zellstofftuch und etwas demin. Wasser zu entfernen. Gegebenenfalls empfiehlt sich ein Reinigungsaufschluss mit 65%iger HNO_3.
7. Alle Teile der Aufschlussbehälter werden in verdünnter Salpetersäure gelagert, danach mit demin. Wasser ausgespült und bei 60 °C getrocknet. Sie werden in geschlossenen Behältern bzw. im Aufschlusssystem gelagert.
8. Probenflaschen und Maßkolben werden in verdünnter Salpetersäure mindestens 24 Stunden gelagert, anschließend mit demin. Wasser gespült, in einem nur dafür vorgesehenen Trockenschrank unter Filterpapier getrocknet. Die Probenflaschen werden in Folientüten geschlossen aufbewahrt, die Maßkolben im Schrank gelagert.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
As	3.1.6
Ba	4.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6
P	44.1.6
S	54.1.6
Ti	64.1.6
Zn	73.1.6
Zr	75.1.6

Anmerkungen:
1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF, Methode A3.3.1: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

b.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.2: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

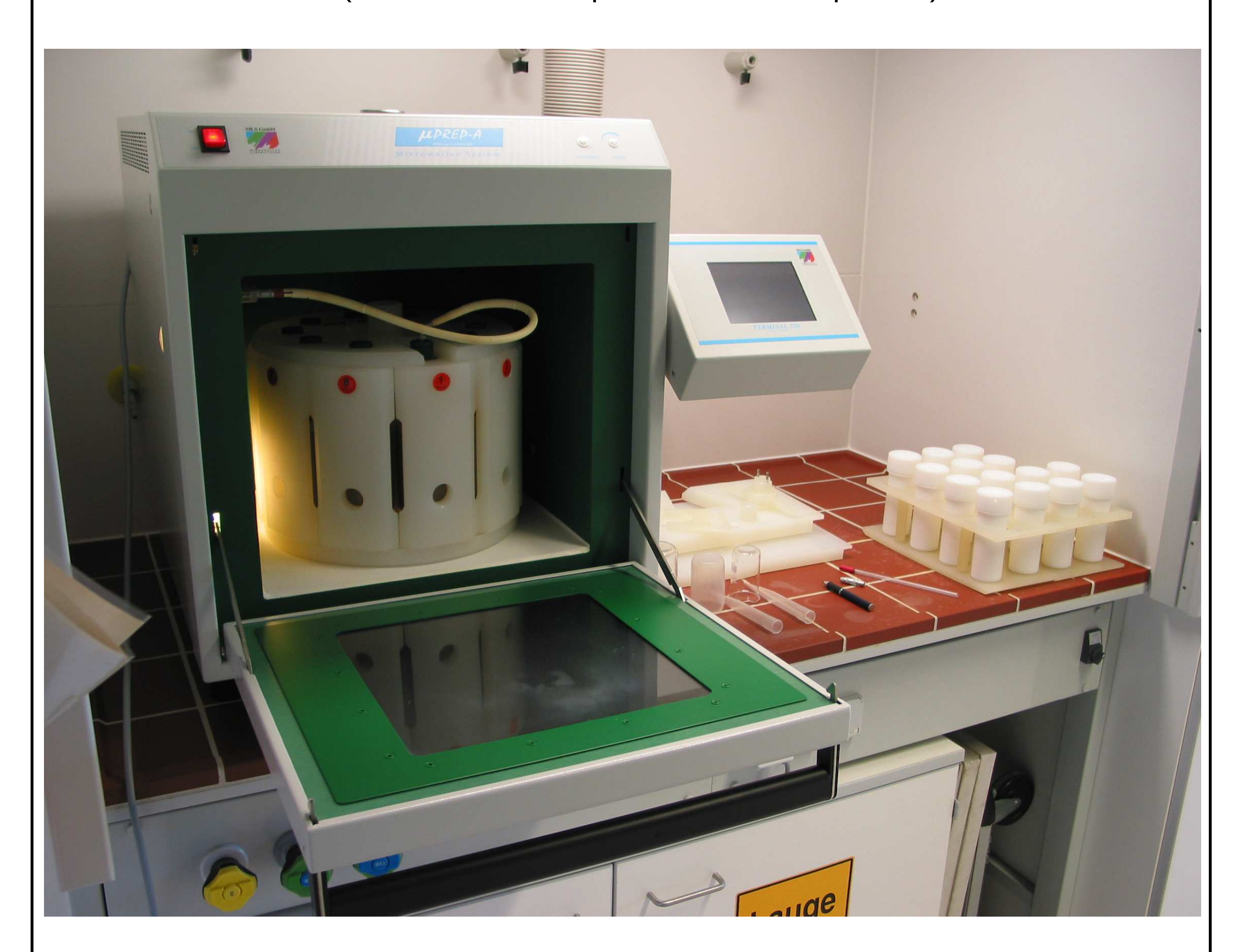
1. Betriebsanleitung für MLS microPREP, Mileston
2. Betriebsanleitung Blockthermostat, H+P
3. Boch, K. (2003): Entwicklung und Optimierung von modernen Probenvorbereitungsmethoden zur Ultraspurenbestimmung umweltrelevanter Elemente mittels Graphitofenatomabsorptionsspektrometrie, Dissertation, Universität München
4. DIN ISO 14869-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): Bodenbeschaffenheit - Aufschlussverfahren zur nachfolgenden Bestimmung von Element-Gesamtgehalten - Teil 1: Aufschluss mit Flusssäure und Perchlorsäure; veröffentlicht in HBU 3.1.3.3a
5. Ilgen, G. und Fiedler, H.J. (1991): Untersuchungen zum Druckaufschluß von Boden- und Gesteinsproben, Chemie der Erde 51; 297-305
6. Kingston, H.M. and Jassie L.B. (1986): Microwave energy for acid decomposition at elevated temperatures and pressures using biological and botanical samples, Anal. Chem., 58, 2534-2541
7. Klinger, Th. (1995): Mengen- und Spurenelemente in Waldböden über unterschiedlichen Grundgesteinen des Osterzgebirges, Dissertation, Technische Universität Dresden
8. Klinger, Th. (1999): Vorschrift für den mikrowellenangeregten Total-Aufschluß von Humus- und Mineralbodenproben ohne Fluoridmaskierung, unveröffentlicht, Institut für Bodenkunde und Standortslehre, TU Dresden
9. Nadkarni, R.A. (1984): Applications of Microwave Oven Sample Dissolution in Analysis, Anal. Chem., 56, 2233-2237
10. Wang, C.F., Chen, W.H., Yang, M.H., Chiang, P.C. (1995): Microwave decomposition for airborne particulate matter for the determination of trace elements by inductivly coupled plasma mass spectrometry, Analyst, Vol. 120, 1681-1686
11. Wieberneith, N. (2001): Einsatz der ICP-Massenspektrometrie zur Multielementbestimmung in biologischen Proben, Dissertation, Universität Hamburg
12. Zunk, B. (1990): Microwave digestion of plant material for trace element determination, Analytica Chimica Acta, Vol. 236, 337-343

ANHANG 1

A. Beispiel für ein mögliches Mikrowellenaufschluss-System und für einen Heizblock zum Abrauchen:

1. Aufschluss-System:

Mikrowellensystem für Laboranwendungen MLSmicroPREP von Milestone
Frequenz: 2,45 GHz; Wellenlänge 12,25 cm; Leistung 1000 Watt
Rotor HPR 1000/10 S; Schutzmantel HS-08/S aus glasfaserverstärktem PEEK, Innenbehälter MPV-100 HAT aus TFM/PTFE-HAT
Parameter für den Routinebetrieb:
50 bar, 120°C, 260°C (Druck, Manteltemperatur, Innentemperatur)



2. Heizblock zum Abrauchen und Lösen:
Blockthermostat Variomag ohne Rührfunktion mit Thermomodul 40 ST von H+P, 5 x 3 Stellplätzen für Becherdurchmesser von 5,5 cm



B. Vorschlag für ein Ablauf-Programm mit dem Mikrowellensystem MLSmicroPREP:

Mikrowellen-Programm:

Schritt	**1**	**2**	**3**	**4**
Zeit [min]	6	4	20	30
Leistung [W]	1000	1000	800	0
Temperatur [°C]	150	200	200	Kühlung

Boden	**Gesamtaufschluss mit HF und H_2SO_4**	**Länder (BB,MV)**
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Bei der Einwirkung von Fluorwasserstoffsäure auf Böden werden alle Silikate in Fluorokieselsäure überführt, die beim Abrauchen in flüchtiges Siliziumtetrafluorid und Fluorwasserstoffsäure zerfällt und so die Silikate aus dem System entfernt.

$SiO_2 + 6\ HF \quad H_2SiF_6 + 2\ H_2O$

$H_2SiF_6 \quad SiF_4 + 2\ HF$

Die bei einer späteren Messung meist störende Fluorwasserstoffsäure wird durch Abrauchen mit konzentrierter Schwefelsäure ausgetrieben. Der Rückstand wird in Salzsäure aufgenommen.
Organische Substanzen werden mit Fluorwasserstoffsäure schlecht aufgeschlossen und müssen deshalb vor dem Aufschluss durch trockene Veraschung in anorganische Verbindungen überführt werden.

2. Störungen:

Bei der trockenen Veraschung zur Zerstörung der organischen Substanz kann es möglicherweise zu Verlusten bei verschiedenen Elementen kommen. Ebenso ist durch die Verwendung von Schwefelsäure die Bestimmung von S sowie Pb (und Ba) im Aufschluss nicht möglich.

3. Geräte und Zubehör:

Platintiegel, ca. 15ml
Platindraht
Heizplatte oder Sandbad
Flusssäureabzug
Analysenwaage
Muffelofen
Polyethylendose 25cm x 13cm x 18cm
Messkolben 100ml aus Duran-Glas

4. Chemikalien:

Fluorwasserstoffsäure (HF), 40% p.a.
Schwefelsäure (H_2SO_4) ca. 96% p.a.
Salzsäure (HCl), ca. 37% p.a.

5. Lösungen:

Salzsäure 1:1	250 ml Salzsäure 37% p.a. werden in einen 500ml-Messkolben gegeben und mit demin. Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung
HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung

Sicherheitshinweise:
1. Die Arbeiten müssen in einem für Flusssäure geeigneten Abzug durchgeführt werden!
1. Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a) Durchführung des Aufschlusses

Von der gut homogenisierten und getrockneten Bodenprobe werden 1000mg in einen Platintiegel eingewogen und 1 Stunde bei 570°C im Muffelofen geglüht. Nach dem Erkalten werden 7 Tropfen demin. Wasser und 10 Tropfen Schwefelsäure (mit einem Platindraht gut vermischen) sowie 15 ml Fluorwasserstoffsäure zugegeben und in einer gut verschlossenen Polyethylendose über Nacht stehen gelassen. Am nächsten Tag wird auf einer Heizplatte abgeraucht, nochmals 10 ml Fluorwasserstoffsäure zugegeben und wieder abgeraucht. Beim zweiten Abrauchen gibt man einige Tropfen konz. Schwefelsäure zu. An den Dämpfen der schwerer flüchtigen Schwefelsäure erkennt man den Zeitpunkt, an dem alle Fluorwasserstoffsäure verraucht ist. Es wird erhitzt, bis keine weißen Dämpfe mehr aufsteigen aber keinesfalls geglüht. Zum Rückstand werden 2 Tropfen demin. Wasser und 4 Tropfen konz. Schwefelsäure gegeben und bis zum Verschwinden der weißen Dämpfe erwärmt. Der Rückstand wird mit 10ml Salzsäure 1:1 aufgenommen, in einen 250ml-Messkolben überspült und einige Minuten gut durchgekocht. Nach dem Erkalten wird bis zur Marke mit demin. Wasser aufgefüllt.

b) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
K	**30.1.6**
Ca	**11.1.6**
Mg	**36.1.6**
P	**44.1.6**

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden
----

9. Literatur
1. TGL 25418/18 Chemische Bodenuntersuchung – Bestimmung des in Flusssäure aufschließbaren Ca, Mg, K, P, Fe und Al. Februar 1974
2. Just, G. (1983): Bodenuntersuchungen im Labor ; in: Anleitung für die forstliche Standortserkundung im nordostdeutschen Tiefland

(Standortserkundungsanleitung) . SEA 83 – B – 11; VEB Forstprojektierung Potsdam

Boden Humus	Teil A3.4: Summenparameter	BZE Level I+II Länder

Boden **Humus**	**Bestimmung von** **Glühverlust und Glührückstand**	**Länder** **(BB, SN)**
Norm: in Anlehnung an DIN EN 12879	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Bei der Methode wird durch Glühen bei 550°C die organische Substanz zerstört und teilweise Kristallwasser der Minerale ausgetrieben. Die Gewichtsdifferenz zum Ausgangsmaterial stellt den Glühverlust, der übrig gebliebene Teil der Probe den Glührückstand dar. Besonders bei hohen Humusanteilen wird eher der Glührückstand ermittelt. Diese einfache Methode zur Bestimmung der organischen Substanz findet bevorzugt bei tonarmen, humusreichen, carbonatfreien Böden sowie bei Torfen Anwendung und ist weniger für lehmige- und tonreiche Böden geeignet.

2. Störungen:

Proben mit Gehalten an Gips, Ton und Sesquioxiden geben bis 430°C Kristallwasser ab. Der Fehler wird bis 550°C größer. Eine Korrektur ist durch Abzug von 0,1 % je 1 % Ton und von 0,26 % je 1 % $CaSO_4$ möglich aber nur für Proben mit hohem Humus/Ton-Verhältnis oder Gipsgehalten sinnvoll.
In Schlämmen und reduzierten Böden führt die Oxidation von Fe(II) zu Fe(III) zu einer Gewichtszunahme und so zu einer Verringerung des Glühverlustes.

3. Geräte und Zubehör:

Muffelofen
Schnellveraschrer
Trockenschrank
Waage (Genauigkeit 0,001 g)
Exsikkator mit Trockenmittel
Tiegelzange
Porzellantiegel
Spatel

4. Chemikalien:

deionisiertes Wasser
Ammoniumnitrat p.A (NH_4NO_3)
Wasserstoffperoxid 30%ig

5. Lösungen:

Ammoniumnitrat 10 %-ig: 5 g Ammoniumnitrat p.A werden in einen 50ml-Messkolben gegeben und mit demin. Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung

Sicherheitshinweis:
Zum Schutz vor Hitze sind Wärmeschutzhandschuhe und Schutzbrille zu tragen.

a) Glühen der Probe

Ein sauberer Porzellantiegel wird vor der Verwendung mindestens 20 Minuten bei 550°C geglüht, im Exsikkator über Trockenmittel auf Raumtemperatur etwa 1 Stunde abkühlen gelassen und auf der Analysenwaage auf 0,01 g genau ausgewogen (LG). Gewichtskonstanz ist erreicht, wenn nach erneutem 30-minütigen Glühen bei 550°C die Abweichung nicht mehr als 0,01 g beträgt. Je Humusgehalt werden etwa 5 – 20 g lufttrockener, gemahlener, Feinboden in den abgekühlten, gewichtskonstanten Porzellantiegel auf 0,01 g genau eingewogen und bei 105°C im Trockenschrank (über Nacht) bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (TG). Gewichtskonstanz ist erreicht, wenn nach erneuter 1-stündiger Trocknung bei 105°C im vorgewärmten Trockenschrank die Abweichung nicht mehr als 0,01 g beträgt. Dann wird in den kalten Muffelofen bzw. Schnellverascher überführt und die Temperatur stufenweise auf 550°C gesteigert und nach deren Erreichen mindestens 2 Stunden geglüht. Der Muffelofen bzw. der Schnellverascher werden abgeschaltet und der Tiegel mit Probe bei geöffneter Tür auf etwa 100°C abkühlen gelassen und bis zum Erreichen der Raumtemperatur in den Exsikkator gestellt und dann auf 0,01 g ausgewogen (GG). Gewichtskonstanz ist erreicht, wenn nach erneutem 30-minütigen Glühen bei 550°C im vorgeheizten Ofen die Abweichung von (GG – LG) nicht mehr als 0,5 % beträgt.

Anmerkungen:

1. In Abhängigkeit vom Untersuchungsmaterial sollte der Tiegel nicht mehr als ein Drittel bis zur Hälfte mit Bodenmaterial gefüllt sein.
2. Bei humusreichen Proben kann durch Entzündung und Verpuffung ein Teil verspritzen und zu Analysenfehlern führen. Es ist ein Porzellandeckel zu verwenden oder eine Vorveraschung auf Heizstrahlern vorzunehmen.
3. Schwarze Rückstände und Flocken deuten auf eine unvollständige Verbrennung hin. Entweder werden diese Proben auf einem Heizstrahler vorverascht oder aber nach dem Abkühlen vorsichtig mit wenigen Tropfen einer 10 %-igen Ammoniumnitratlösung oder 30 %-igen Wasserstoffperoxidlösung versetzt, im Trockenschrank getrocknet und erneut geglüht.
4. Die Wägung hat unmittelbar nach der Entnahme aus dem Exsikkator zu erfolgen und sollte schnell durchgeführt werden.
5. Wenn keine Gewichtskonstanz erzielt wird, ist der Mittelwert der letzten drei Wiederholungswägungen nach jeweils einer Stunde Aufbewahrung im Exsikkator zu ermitteln und ein Vermerk bei den Ergebnissen zu machen.
6. Zersetzungstemperaturen: $MgCO_3$ 350°C, $CaCO_3$ ab 825°C

b) Berechnung von Glühverlust und Glührückstand

b1) Glühverlust

Massenanteil, der beim Glühen der Trockenmasse eines Bodens unter festgelegten Bedingungen als Gas entweicht. Er wird auf die Trockenmasse bezogen und in Prozent angegeben.

$$GV = \frac{(TG - GG) * 100}{(TG - LG)}$$

B2) Glührückstand
Massenanteil des Rückstandes nach dem Glühen der Trockenmasse eines Bodens und festgelegten Bedingungen. Er wird auf die Trockenmasse bezogen und in Prozent angegeben.

$$GR = \frac{(GG - LG) * 100}{(TG - LG)}$$

GV Glühverlust in %
GR Glührückstand in %
TG Trockengewicht des Porzellantiegels mit der Probe in g
GG Glühgewicht des Porzellantiegels mit der Probe in g
LG Leergewicht des Porzellantiegels in g

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden
----

9. Literatur

1. DIN EN 12879, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Charakterisierung von Schlämmen - Bestimmung des Glühverlustes der Trockenmasse
2. DIN 18128, Normenausschuss Bauwesen (NABau) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Baugrund - Untersuchung von Bodenproben - Bestimmung des Glühverlustes
3. DIN 19684-3, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau - Chemische Laboruntersuchungen, Teil 3: Bestimmung des Glühverlustes und des Glührückstandes
4. Fiedler, H.J.; Hoffmann, Fr (1965): Die Untersuchung der Böden, Band 2 - Die Untersuchung der Chemischen Bodeneigenschaften im Laboratorium. Die Ermittlung der Mineralogischen Zusammensetzung, Verlag Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig
5. Schlichting, E., Blume, H.-P., Stahr, K. (1995): Bodenkundliches Praktikum, Blackwell Wissenschafts-Verlag, Berlin
6. VDLUFA Methodenbuch Band I (1991): Die Untersuchung von Böden, VDLUFA-Verlag, Darmstadt

Boden Humus Pflanze Wasser	**Inhaltsverzeichnis Teil B**	BZE Level I+II Länder

B. Pflanzenuntersuchungen

Pflanze	Teil B1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Lagerung von Pflanzenproben vor der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: --- | **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die frischen Pflanzenproben werden gekühlt gelagert, um Veränderungen des Probenmaterials möglichst gering zu halten.

2. Störungen:

Mikrobielle Prozesse in feuchten Pflanzenproben können zu Veränderungen von Parametern und zu Schimmelbildung führen. Diese Vorgänge können durch Probenkühlung vermindert bzw. unterdrückt werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum, Kühlschrank
Plastikbeutel
Leinenbeutel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Zweige oder Baumscheiben werden unverpackt mit Beschriftung oder in großen Plastikbeuteln (mit Löchern) von der Probenahme angeliefert und unverändert im Kühlraum, der bei ca. 4 ± 1°C thermostatisiert ist, auf dem Fußboden oder in Regalen gelagert.

Anmerkungen:

1. Feuchte Pflanzenproben sollten möglichst nicht über längere Zeit gelagert werden!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode L1.1 Pflanze

Pflanze	Lagerung von Pflanzenproben nach der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: ---	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:
Getrocknete und gemahlene Proben werden in luftdichte Gefäße wie Weithals-Polyethylenflaschen oder Gefrierdosen abgefüllt und gelagert.

2. Störungen:
---

3. Geräte und Zubehör:
Lagerraum
Gefrierdosen
PE-Flaschen

4. Chemikalien:
---

5. Lösungen:
---

6. Durchführung:
Die getrockneten, gemahlenen Pflanzenproben werden in Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss abgefüllt, luftdicht verschlossen und die Gefäße gut beschriftet. Die Lagerung erfolgt dann in einem trockenen Probenlager.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

8. Literatur:
1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode L3.1 Pflanze

Pflanze	Trocknung von Pflanzenproben (BZE)	BZE
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:
Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Pflanzenproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur von 60 °C getrocknet.

2. Störungen:
Bei Pflanzenproben, die bei höheren Temperaturen als 60 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:
Trockenschrank, ggf. Umluft-Trockenschrank
Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Glas- oder Fotoschalen

4. Chemikalien:
---

5. Lösungen:
---

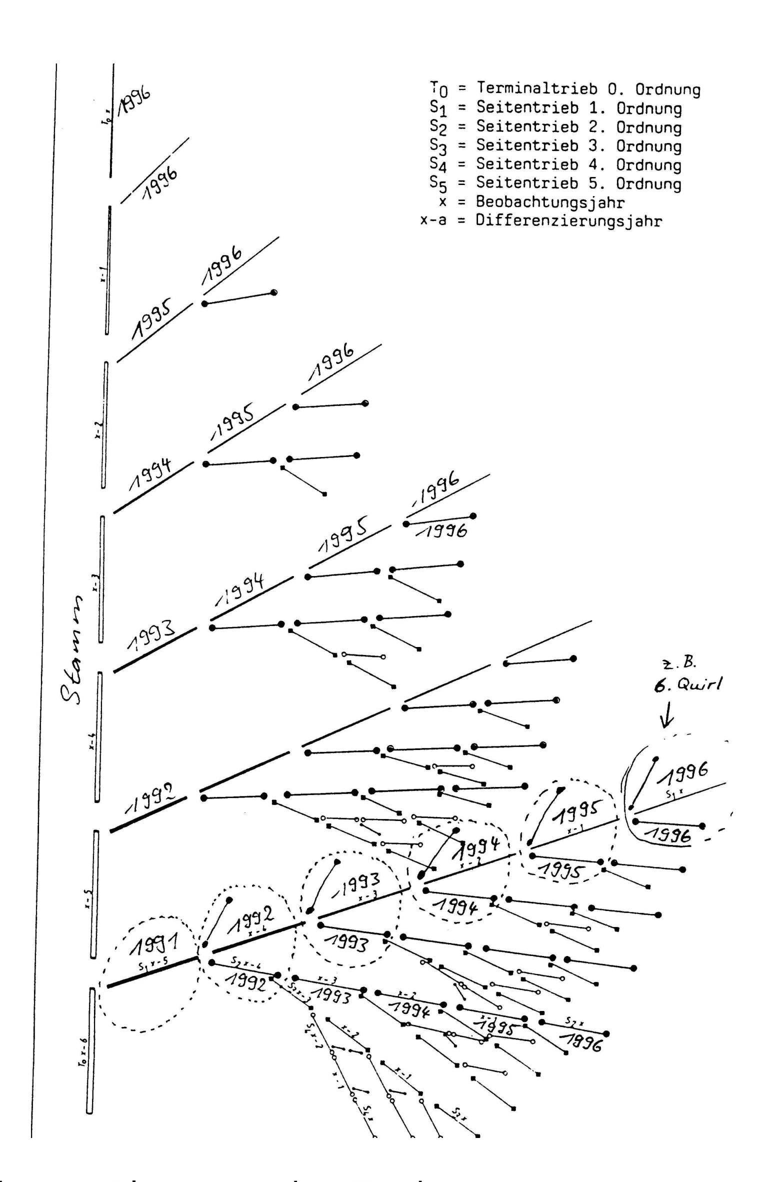
6. Durchführung:

a.) Jahrgangsweises Zerschneiden der Zweige mit Nadelproben vor dem Trocknen
Mit Ausnahme von Lärchennadeln, die grundsätzlich einjährig sind, müssen bei den übrigen Nadelbäumen die einzelnen Nadeljahrgänge getrennt analysiert werden. Je nachdem von welchem Quirl des Baumes der Zweig entnommen wurde, lassen sich unterschiedlich viele Nadeljahrgänge trennen. So lassen sich vom 4. Quirl nur 1- bis 4-jährige Nadeln gewinnen. Vom 7. Quirl lassen sich höchstens 7 Nadeljahrgänge abtrennen (soweit sie überhaupt noch am Zweig vorhanden sind). Bei Fichte, Tanne und Douglasie werden üblicherweise zwischen 3 und 7 Nadeljahrgänge analysiert, bei Kiefer 1 oder 2. Von jedem Probebaum sollten 3 Zweige aus verschiedenen Himmelsrichtungen vorliegen. Die Zweige müssen nach einzelnen Jahrgängen zerschnitten werden. Die Bestimmung der Jahrgänge erfolgt am besten von der Zweigunterseite. Meist sind zwischen den Nadeljahrgängen noch Reste der Knospenschuppen erkennbar, die als sicheres Erkennungsmerkmal dienen. Nicht ausgetriebene Knospen können dazu führen, daß Nadeljahrgänge fehlen. Man sollte für die Analyse nur völlig ausgebildete Zweige verwenden (siehe Abbildung 1), da zweifelhafte Zuordnungen zu Fehlern führen. Der erste Nadeljahrgang ist meist sehr gut erkennbar und beim Zerschneiden eindeutig identifizierbar. Nachdem diese (maximal 1-jährigen) Zweigstücke abgetrennt sind, gibt es keine eindeutige Identifikation mehr; deshalb ist äußerste Sorgfalt bei der Zuordnung anzuwenden.
Es gibt grundsätzlich 2 Möglichkeiten, das Material zu zerschneiden:

- Bei insgesamt geringem Zweigmaterial bietet sich das Zerschneiden des gesamten Materials an.

- Liegt mehr Material vor, kommt bei einer Gesamtprobe für die ersten Nadeljahrgänge zuviel Material zusammen, so daß sich das so genannte Auskämmverfahren anbietet. Hierzu werden an den Seitentrieben erster Ordnung die Seitentriebe höherer Ordnung abgetrennt. An den verbleibenden Trieben werden zusätzlich die jeweils über das entsprechende Differenzierungsjahr hinausgehenden Seitentriebe abgetrennt und verworfen (siehe Abbildung 1). Damit werden nur die eingekreisten Triebstücke für die Analyse verwendet.

Abb.1:



<u>b.) Abschneiden von Blättern vor dem Trocknen:</u>
Mit einer Schere werden im mittleren Teil der Langtriebe durchschnittlich große, unversehrte und nicht verunreinigte Blätter mit Blattstiel vom Ast abgeschnitten und in einen Leinenbeutel o.ä. gegeben.

Anmerkungen:

1. Sollen an den Blattproben später Schwermetalle untersucht werden, sollten nach Möglichkeit Scheren mit Teflonüberzug verwendet werden.

c.) Trocknen der Proben:

Die Pflanzenprobe (Blätter, Zweige mit Nadeln, Zweige, Holz) wird in dem Leinen- oder Kunststoffbeutel oder in der Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde bzw. in den sie nach dem Zerschneiden gelegt wurde, in den Trockenschrank gelegt und mindesten 48 Std. getrocknet. Die Trocknungstemperatur beträgt 60°C.
Nach 2 Tagen wird der Trocknungsgrad des Materials per Hand geprüft. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Tüten oder Beutel sollten geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefaßt oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!
3. Nadelproben werden am Ast getrocknet. Nach erfolgter Trocknung fallen die Nadeln leicht von den Ästen. Dann werden die Zweigstücke aus dem Beutel genommen und die Nadeln per Hand in ein Gefäß abgestreift. Die bereits im Beutel abgefallenen Nadeln werden dazugeschüttet. Im Gegensatz zu Fichte, Tanne und Douglasie fallen bei der Kiefer die Nadeln beim Trocknungsvorgang in der Regel nicht ab, sondern müssen vom Zweig abgezupft werden. Die Blattscheiden bleiben zwangsläufig an dem Nadelpaar haften und werden mitanalysiert.
4. Bei sehr feuchten Proben ist die Verwendung eines Umluft-Trockenschrankes sinnvoll, um Kondensationsprobleme im Trockenschrank zu umgehen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung EU, Methode B1.2.2: Da die Level I+II-Methode eine Trocknung bei 80 °C vorsieht, liefert die Methode ev. etwas andere Ergebnisse.

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode T4.1 Pflanze

Pflanze	Trocknung von Pflanzenproben (EU)	Level I+II

Norm: --- | **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Pflanzenproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur von max. 70 °C getrocknet.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die Pflanzenprobe (Blätter, Zweige mit Nadeln, Zweige, Holz) wird in dem Leinen- oder Kunststoffbeutel oder in der Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde bzw. in den sie nach dem Zerschneiden gelegt wurde, in den Trockenschrank gelegt und mindesten 24 Std. getrocknet. Die Trocknungstemperatur beträgt max. 70 °C.
Der Trocknungsgrad des Materials wird laufend per Hand geprüft. Die Trocknung muss bis zur Gewichtskonstanz erfolgen. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Tüten oder Beutel sollten geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefaßt oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung BZE, Methode B1.2.1: Da die BZE-Methode eine Trocknung bei 60 °C vorsieht, liefert die Methode ev. etwas andere Ergebnisse.

8. Literatur:

1. ICP Forests (Hrg.), (2010): ICP Forests Manual on Methods and Criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, chapter 12, page 10.

Pflanze	Streuprobentrocknung und -sortierung	Level I+II
Norm: -	**HBU: -**	

1. Prinzip der Methode:

Die in Streusammlern gesammelten und in Polyethylen-Beuteln ins Labor transportierten Proben werden bei 60 °C (Level II Deutschland) bzw. max. 70 °C (Level II EU) getrocknet. Anschließend werden die Proben in unterschiedliche Fraktionen (Blätter/Nadeln, Früchte, Blüten etc.) sortiert und für die Analyse zu Jahresmischproben vereint.

2. Störungen:

---.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Kunststoffpinzette
Verschiedene Größen von Polyethylen-Beutel sowie Polypropylen-Flachbeutel
Wägedosen, Wägeschälchen
Waage , Wägegenauigkeit 0,01 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

a.) Trocknen der Streuproben:

Die Polyethylenbeutel mit den frischen Proben aus den Streusammlern (2-4 wöchentlich gesammelt) werden geöffnet in den 60 °C (Level II Deutschland) bzw. max. 70 °C (Level II EU) eingestellten Trockenschrank gelegt. Bei sehr feuchten Proben sollten diese täglich gewendet werden. Nach 3-6 Tagen werden die Proben aus dem Trockenschrank genommen und kontrolliert, ob die Proben trocken sind.

b.) Sortieren der Proben:

Die getrockneten Streuproben werden auf einer sauberen, glatten Oberfläche ausgebreitet. Das Sortieren erfolgt bei großen Fraktionen von Hand (ohne Handschuhe) und bei kleinen Teilen mit einer Kunststoff-Pinzette (falls Schwermetalle analysiert werden sollen). Proben, die offensichtlich durch Vogelkot oder auf andere Weise (z.B. Raupenbefall) kontaminiert sind, werden ohne zu Wiegen vollständig verworfen und gelangen nicht in die Analyse.
Alle Tiere (Käfer, Mäuse etc.), Steine und andere Bestandteile (Zweige größer als 2 cm Durchmesser), die nicht zum Streufall gehören, werden aussortiert und verworfen.

Die Proben werden je nach vorherrschender Baumart in unterschiedlich viele Fraktionen sortiert. In der nachfolgenden Tabelle sind die möglichen Fraktionen für Nadel- und Laubbaumstandorte aufgeführt. Einige der Fraktionen sind im Level II-Programm verpflichtend (mandatory = m), die übrigen optional (o). Einige der Fraktionen (SF) werden rechnerisch aus Teilfraktionen ermittelt.

1. Fraktionen:

Fraktion	zugehörige Teile	o/m
F1	Menge Nadeln oder Blätter Hauptbaumart	m
F2	Menge Blätter Nebenbaumart (1)	o
F3	Menge Nadeln Nebenbaumart (1)	o
F4	Menge Früchte (Zapfen und Samen; incl. grüne Zapfen) Hauptbaumart	m
F5	Menge Fruchtkapseln und leere Zapfen Hauptbaumart	o(m*)
F6	Menge Früchte Nebenbaumarten	m
F7	Menge Fruchtkapseln und leere Zapfen Nebenbaum-arten	o
F8	Menge Blüten Hauptbaumarten	o
F9	Menge Blüten Nebenbauarten	o
F10	Holzfraktion (Rinde, kl. Zweige und Äste unter 2 cm D)	o
F11	Übrige Biomasse (Moose, Flechten, Insektenkot etc.)	
SF1	Gesamtstreufall (F1+F2+F3+F4+F6+F8+F9+F10+F11)	m
SF2	Nadel+Blatt-Streufall (F1+F2+F3)	m
SF3	Gesamtstreufall ohne Nadel+Blatt-Streufall (F4+F5+F6 +F7+F8+F9+F10+F11)	m
SF4	Menge Früchte alle Baumarten (F4+F6)	m
SF5	Menge Blüten alle Baumarten (F8+F9)	o

(* = Verpflichtend nur bei Buche)

(Im Falle mehrerer bestandsprägender Baumarten können die Fraktionen F1, F4, F5, F8, mehrmals (a,b,c) auftreten. Die Fraktion F11 (Übrige Biomasse) ist nicht eindeutig definiert und hängt von der Art der Feinsortierung ab; hierzu gehört jeweils der nicht in weitere Fraktionen sortiert Rest!)

Nach dem Sortieren werden die Einzelfraktionen in Polyethylen- oder Polypropylen-Beutel gefüllt und wie die Original-Probe mit Fraktionsangabe beschriftet.

c.) Mischen der Proben für die Analyse und Mengenbestimmung

Je nach gewünschten Differenzierungsgrad werden die Teilfraktionsproben gemischt und gewogen. Dabei sind Vierteljahres- oder Jahresproben üblich. Mehrere der 10 bis 30 Sammler können zu Mischproben vereint werden; es ist aber auch eine Jahresmischprobe über alle Sammler pro Teilfraktion möglich.

Nach dem Mischen der Teilproben werden die Mischproben gewogen und die Mengen notiert.

Die vorgeschriebene jährliche Mindestinformation besteht aus den mittleren jährlichen Streumengen der Fraktionen F1, F4, F6, SF1, SF2, SF3 und SF4 je Standort.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. ICP Forests (Hrg.), (2010): ICP Forests Manual on Methods and Criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, chapter 12
2. König u. Fortmann (2012): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt, 3. Ergänzung, Teil 1: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 79, Probenvorbereitungsmethoden T7.1-T7.9

Pflanze	Mahlen von Pflanzenproben	BZE Level I+II

Norm: ---	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:

Eine Teilprobe der getrockneten Pflanzenprobe wird in einer Kugel- oder Zentrifugalmühle gemahlen. Der Mahlvorgang ist so durchzuführen, dass 80 % des Materials < 60 µm gemahlen sind.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kugelmühle
Scheibenschwingmühle
Achat- oder Zirkonoxidbecher
Achat- oder Zirkonoxidkugeln
Zentrifugalmühle
Ringsieb (0,25 mm)
Schneidmühle mit Wolframcarbidschneiden
Pinsel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

a.) Mahlen in einer Kugelmühle

In die Mahlbecher einer Kugelmühle werden zunächst die Mahlkugeln (in der Regel 6 Stück der auf die Becher abgestimmten Größe) und dann soviel Material der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe eingefüllt, bis der Becher maximal 2/3 gefüllt ist. Anschließend werden die Becher mit den Dichtungsringen und Deckeln verschlossen, in die Halterungen der Mühle gestellt und mit der Spannvorrichtung befestigt. Die Mühle wird geschlossen und nach Einstellen der Zeitschaltuhr (in der Regel 10 min.) angestellt. Nach Beendigung des Mahlvorgangs und Stillstand der Mühle werden der Deckel der Mühle geöffnet, die Spannvorrichtungen gelöst und die Mahlbecher entnommen. Die Kugeln werden aus den Bechern genommen und das anhaftende Mahlgut mit einem Pinsel abgepinselt. Dann wird das Mahlgut mit Hilfe des Pinsels in ein Probengefäß abgefüllt. Anschließend werden die Becher für den nächsten Mahlvorgang gründlich gereinigt (mittels Pressluft oder durch feuchtes Auswischen und anschließendes Trockenreiben).

Anmerkungen:

1. Achat- und Zirkonoxid-Becher sind für das Mahlen von Proben für die Schwermetallanalyse geeignet, da der SiO_2-Abrieb der Achatbecher und der minimale Abrieb der Zirkonoxidbecher schwermetallfrei sind.
2. Bei der Bestückung der Mühle ist darauf zu achten, daß die gegenüberliegenden Positionen stets mit Bechern gleicher Größe belegt sind, um ausgeglichene Gewichtsverhältnisse zu haben. Ggf. müssen leere Becher eingesetzt werden.
3. Vor Inbetriebnahme der Mühle muß stets geprüft werden, ob alle Becher mit den Spannvorrichtungen richtig befestigt sind.

<u>b.) Mahlen in einer Zentrifugalmühle:</u>

Zuerst wird der Schneidrotor in die Mühle eingesetzt. Danach wird die Edelstahlauffangwanne (Kassette) eingelegt und schließlich das Ringsieb (0,25 mm). Auf den Rotor gesteckt. Dabei muß darauf geachtet werden, daß die Pfeilrichtung auf dem Sieb mit der Pfeilrichtung auf der Mühle übereinstimmt. Zum Schluß wird der Deckel der Mühle geschlossen und verriegelt, die gewünschte Drehzahl eingestellt und die Mühle gestartet.

Nach Erreichen der Endgeschwindigkeit des Rotors kann die Pflanzenprobe langsam in den Einfülltrichter gegeben werden. Nach Beendigung des Mahlvorganges (leiseres, gleichmäßiges Laufgeräusch der Mühle) wird die Mühle durch Drücken der STOP-Taste zum Stillstand gebracht. Nach völligem Stillstand der Mühle wird der Deckel geöffnet und die Probe mit einem Pinsel vom Sieb und vom Rotor in die Auffangschale gebürstet. Die Probe wird in Weithals-Polyethylenflaschen abgefüllt.

Anmerkungen:

1. Bei normalem Probenmaterial sollte die Drehzahl auf etwa 14.000 U/min, bei sehr leicht zu zerkleinerndem Material auf 18.000 U/min eingestellt werden.
2. Beim Einfüllen der Probe muss ständig die Ladungskontroll-Anzeige beobachtet werden. Diese darf maximal im gelben Bereich, nie im roten Bereich sein, da die Mühle und damit das Mahlgut sonst überhitzt. Durch Überhitzung des Mahlgutes kann es zu Stickstoffverlusten in der Probe kommen.
3. Sollen die Proben später auf Schwermetalle untersucht werden, muss ein Titanrotor und –Sieb verwendet werden.
4. Deckel, Auffangschale, Sieb und Rotor können zur Reinigung mit Preßluft ausgeblasen werden. Sollten Probenreste wie z.B. Harz am Sieb oder Rotor kleben, diese mit heißem Wasser, Aceton oder im Ultraschallbad reinigen.
5. Gras und Blätter sollten vor dem Mahlen etwas zerdrückt und kleine Zweige zerschnitten oder zerbrochen werden.

<u>c.) Mahlen in einer Schneidmühle:</u>

Eine Schneidmühle kann nur verwendet werden, wenn sie mit Metallabrieb-freien Schneidwerkzeugen (z.B. Wolframcarbid) ausgerüstet ist.

<u>d.) Mahlen in einer Scheibenschwingmühle:</u>

Bei Verwendung einer Scheibenschwingmühle, die vor allem für Streuproben, Blätter und Nadeln geeignet ist, sind Tests zur Mahldauer nötig, um sowohl eine ausrei-

chende Feinmahlung als auch eine Vermeidung von Probenüberhitzung sicherzustellen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden MBP1.1 Pflanze, MBP2.1 Pflanze, MBP3.1 Pflanze, MP2.1 Pflanze, MP3.1 Pflanze

Pflanze	Teil B2: Bestimmung physikalischer Parameter	BZE Level I+II Länder

Pflanze	**Wassergehalt**	**BZE Level I+II**
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11465	**HBU: in Anlehnung 5.1.3.1.a**	

1. Prinzip der Methode:

Der Wassergehalt wird durch Trocknen der bei 60 °C (BZE) bzw. max. 70 °C (Level I+II) vorgetrockneten Probe bei 105 °C und Wiegen der Probe vor und nach der Trocknung bestimmt.
Mit dem Umrechnungsfaktor UF, der aus dem so ermittelten Wassergehalt (%) berechnet wird, können Elementgehalte von vorgetrockneten Proben auf absolut trockene Proben umgerechnet werden.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen. Diese Verluste werden dann als Wasser berechnet.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Exsikkator mit Trocknungsmittel
Wägedosen, Wägeschälchen
Waage , Wägegenauigkeit 0,001 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden B1.2.1 (bei BZE-Proben) bzw. B1.2.2 (bei Level I+II-Proben) und B1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt in Anlehnung an die DIN ISO 11465.

a.) Wassergehaltsbestimmung:

Ein Aliquot bei 60 °C (BZE) bzw. max. 70 °C (Level I+II) vorgetrockneten Probe vorgetrockneten Pflanzenprobe wird in eine Wägedose oder ein Wägeschälchen eingewogen und im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet:

- Die Waage auf Null tarieren. Die geschlossene Wägedose auf die Waage stellen und das Gewicht (GB) *leerer Becher* notieren.
- Den Deckel der Wägedose abnehmen und die Waage auf Null tarieren. In die Wägedose ca. 1 g der bei 60 °C (BZE) bzw. max. 70 °C (Level I+II)

vorgetrockneten Probe auf 0,001 g genau einwiegen. Das Gewicht (GPF) *Probe feucht* notieren. Anschließend die Wägedose verschließen. Die Proben in den geöffneten Wägedosen (Deckel schräg auf den Dosen, so daß Wasser entweichen kann) bei 105 °C mindestens 5 Stunden in den Trockenschrank stellen.

- Die heißen Wägedosen mit dem Deckel verschließen, verschlossen in den Exsikkator stellen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- Die Waage auf Null tarieren und nach dem Abkühlen die verschlossenen Wägedosen auf 0,001 g genau auswiegen. Das Gewicht (GPT + GB*) trockene Probe u. Becher* notieren.

Die Differenz zwischen vorgetrockneter und absolut trockener Probe bezogen auf absolut trockene Probe ergibt den Wassergehalt.

$$WG = \frac{GPF - ((GPT + GB) - GB)}{(GPT + GB) - GB} * 100 = \frac{GPF - GPT}{GPT} * 100$$

WG = Wassergehalt (%), GPF = Gewicht Probe feucht (g), GPT = Gewicht Probe trocken (g), GB = Gewicht Becher (g)

Anmerkungen:

1. Bei Proben, bei denen weniger als 3 g Material vorhanden ist, wird nur 0,5 g der Probe für die Wassergehaltsbestimmung eingewogen. Bei Proben, von denen weniger als 1 g Material vorhanden ist, wird keine Wassergehaltsbestimmung durchgeführt.

b.) Ermittlung des Umrechnungsfaktors UF für absolut trockene Proben

Elementgehalte von Pflanzenproben werden stets bezogen auf absolut trockene Proben (105 °C) angegeben. Da die Elementgehaltsbestimmung stets an vorgetrockneten Proben (60 °C bei HFA-Methode B1.2.1 bzw. 70 °C bei HFA-Methode B1.2.2) erfolgt, müssen die so bestimmten Gehalte mit dem Umrechnungsfaktor UF multipliziert werden, um die Elementgehalte bezogen auf absolut trockene Proben zu erhalten.

Der Umrechnungsfaktor UF wird wie folgt ermittelt wird:

$$UF = \frac{100}{100 - WG}$$

UF = Umrechnungsfaktor, WG = Wassergehalt (%)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1994): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung; Bonn
2. ICP Forests (Hrg.), (2010): ICP Forests Manual on Methods and Criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, chapter 12

3. DIN ISO 11465: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465:1993); Ausgabe:1996-12

Pflanze	1000-Nadelgewicht	BZE Level I+II

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Das 1.000-Nadelgewicht ist ein Maß für das mittlere Trockengewicht der Nadel eines Baumes. Um dieses zu bestimmen, wird das Gewicht einer repräsentativen Anzahl von bei 105 °C getrockneten Nadeln bestimmt und auf das Gewicht von 1.000 Nadeln hochgerechnet.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Bechergläser 50 ml, hohe Form
Oberschalige Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,01 g
Exsikkator mit Silikagel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode B1.2.1 oder B1.2.2

7. Durchführung:

a) Wiegen der Nadeln:

Es werden 3x100 (bei Materialknappheit mindestens 50) der bei 60 °C (siehe B1.2.1) bzw. bei max. 70 °C (siehe B1.2.2) vorgetrockneten Fichtennadeln oder 3x50 (bei Materialknappheit mindestens 30) der bei 60 °C (siehe B1.2.1) bzw. bei max. 70 °C (siehe B1.2.2) vorgetrockneten Kiefernnadel-Paare in ein Becherglas gezählt. Das Becherglas mit den Nadeln wird dann bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz (ca. 12 Stunden) im Trockenschrank getrocknet.
Zum Abkühlen auf Raumtemperatur wird das Becherglas in einen mit Silikagel gefüllten Exsikkator gestellt, der mit Deckel verschlossen wird.
Nach dem Abkühlen werden die Bechergläser mit den getrockneten Nadeln auf 0,01 g genau ausgewogen, anschließend die Nadeln aus dem Glas entfernt und dann das leere Becherglas gewogen.

Anmerkungen:

1. Für das Zählen kann es hilfreich sein, ein weißes DIN-A4 Blatt durch Linien so aufzuteilen, das 2 Reihen a 5 Feldern entstehen. Dann werden in jedes Feld 10 Nadeln gezählt. Dies wird 3 mal wieder holt, so dass 300 Nadeln abgezählt sind.
2. Bei Kiefernnadeln muss darauf geachtet werden, dass Nadelpaare als 2 Nadeln gezählt werden.

b.) Berechnung des 1.000-Nadelgewichts:

$$NG_{1000} = G_{Nadeln} * 1.000/Anzahl$$

Mit NG_{1000} = 1.000-Nadelgewicht (g), G_{Nadeln} = Gewicht der getrockneten Nadeln (g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode NGW1.1 Pflanze
2. ICP Forests (Hrg.), (2010): ICP Forests Manual on Methods and Criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, chapter 12, page 10

Pflanze	100-Blattgewicht	BZE Level I+II

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Das 100-Blattgewicht ist ein Maß für das mittlere Trockengewicht des Blattes eines Baumes. Um dieses zu bestimmen, wird das Gewicht einer definierten Anzahl von bei 105 °C getrockneten Blättern bestimmt und auf das Gewicht von 100 Blättern umgerechnet.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Bechergläser 50 ml, hohe Form
Oberschalige Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,01 g
Exsikkator mit Silicagel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

----

7. Durchführung:

a) Wiegen der Blätter:

Es werden 300 (bei Materialknappheit mindestens 50) der feuchten (feldfrischen) Blätter in ein Becherglas gezählt. Das Becherglas mit den Blättern wird dann bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz (ca. 24-48 Stunden) im Trockenschrank getrocknet. Zum Abkühlen auf Raumtemperatur wird das Becherglas in einen mit Silicagel gefüllten Exsikkator gestellt, der mit Deckel verschlossen wird.
Nach dem Abkühlen werden die Bechergläser mit den getrockneten Blättern auf 0,01 g genau ausgewogen, anschließend die Blätter aus dem Glas entfernt und dann das leere Becherglas gewogen.

b.) Berechnung des 100-Blattgewichts:

$$BG_{100} = G_{Blätter} * 100/Anzahl$$

mit BG_{100} = 100-Blattgewicht (g), $G_{Blätter}$ = Gewicht der getrockneten Blätter (g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode BGW1.1 Pflanze
2. ICP Forests (Hrg.), (2010): ICP Forests Manual on Methods and Criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, chapter 12, page 10

Pflanze	Teil B3: chemische Untersuchungsmethoden	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Extraktionsverfahren	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Aufschlussverfahren	BZE Level I+II Länder

Pflanze	**Druckaufschluss mit HNO_3**	**BZE Level I+II**
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure-Aufschluss ist ein oxidierender Aufschluss, bei dem Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$$

Organische Substanzen werden vollständig aufgeschlossen:

$$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$$

Für Pflanzenproben (Blätter, Nadeln, Holz) ist der Aufschluss für alle wichtigen Haupt- und Spurenelemente dann vollständig, wenn das pflanzliche Material silikatfrei ist. Bei silikathaltigen Proben kann es zu Minderbefunden insbesondere bei Al, Fe und K kommen.
Der Aufschluss wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure bei 170 bis 180 °C aufgeschlossen werden kann.

2. Störungen:

Ein häufiges Problem sind Kontaminationsprobleme bei allen verwendeten Gefäßen, Geräten und Filtern, die dann zu überhöhten Werten führen (insbesondere bei Cu und anderen Schwermetallen). Diese Störungen können durch die Verwendung anderer Gefäße und Geräte sowie durch Spülen mit sauren Spüllösungen behoben werden.

3. Geräte und Zubehör:

Druckaufschlussblöcke mit Teflonbechern
Trockenschrank
Waage
Meßkolben
Szintillationsgefäße/PE-Flaschen
Glastrichter
Keramikspatel
Keramikpinzette
Pipette mit Pipettenspitzen
Schwarzband-Filter
Porzellantiegel
Tiegelzange

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a. plus

5. Lösungen:

Spülsäure: In einen säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml konz HNO_3 (p.a.) gegeben und mit H_2O demin. aufgefüllt.

Spülsäure p.a. plus: In einem säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml HNO_3 konz. p.a. plus mit H_2O demin. reinst aufgefüllt.

Spülsäure 5 % p.a. plus: 80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Messzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden B1.2.1 bzw. B1.2.2 und B1.3.1

7. Durchführung:

a.) Durchführung des Aufschlusses

In die Teflonbecher werden jeweils ca. 100 mg Pflanzenprobe mit der Analysenwaage eingewogen. Unter dem Abzug werden jeweils 2 ml HNO_3 konz. p.a. mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Bodenproben zugesetzt.
Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Danach werden die Teflon-Deckel aufgelegt, die Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb 1 Stunde) auf 170-175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie unter einem Abzug. Die Teflondeckel werden beim Abheben vom Becher etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann.
Zur Überführung der Aufschlusslösungen werden 50 ml-Messkolben aufgestellt, Glastrichter eingesetzt und gespülte Filterpapiere (Schwarzband) mit Pinzette eingelegt. Die Teflondeckel werden mit wenig H_2O demin. über dem Trichter abgespült. Die Aufschlusslösung und der Rückstand werden aus den Teflonbechern vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3 mal mit wenig H_2O demin. nachgespült. Zum Schluss wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas H_2O demin. gespült. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und umgeschüttelt und die Aufschlußlösung anschließend in ein Szintillationsgefäß oder eine PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:

1. Während der gesamten Aufschlusszeit treten nitrose Gase aus dem Aufschlussblock aus. Deshalb muss der Aufschluss-Trockenschrank bzw. die Heizplatte unter einem Abzug stehen bzw. der Aufschlussschrank mit einer Absaugvorrichtung und Waschflasche mit verd. NaOH versehen sein.

2. Befindet sich in einem Teflonbecher nach dem Aufschluss keine Flüssigkeit mehr, so war der Becher nicht richtig verschlossen. Die Probe muss dann wiederholt werden.
3. Sollen Na oder B in der Aufschlusslösung bestimmt werden, müssen Kunststoff- oder Quarzgefäße verwendet werden.
4. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:

   Teflonbecher:

   Vor Beginn einer Aufschlussserie wird zur Reinigung der Teflongefäße ein Blindaufschluss mit allen Gefäßen durchgeführt.

   Nach jedem Aufschluss innerhalb der Serie werden die Teflonbecher mit Spülsäure 5 % bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60°C (niemals über 60°C !) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.

   Sind Proben wegen eines nicht richtig verschlossenen Bechers im Teflonbecher eingebrannt, so wird der Rückstand mit HNO_3 1-2 Stunden eingeweicht und danach ausgespült. Vor der Wiederverwendung muß ein Blindaufschluss durchgeführt werden!

   Mit der Zeit auftretende weiße Al-Oxid-Ablagerungen an den Metallmänteln der Teflonbecher werden mit einer Kunststoff-Bürste entfernt.

   Meßkolben:

   Die 50 ml-Meßkolben werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. gespült und anschließend mit Spülsäure bis zum Rand gefüllt und dann der Stopfen eingesetzt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag wird die Spülsäure ausgekippt und die Kolben mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült.

   Trichter:

   Die Glastrichter werden in der Spülmaschine gespült und anschließend in ein großes Becherglas mit Spülsäure gelegt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag werden sie aus dem Säurebad genommen und mit H_2O demin. reinst abgespült. Das Säurebad muss regelmäßig gewechselt werden.

   Szintillationsgefäße (alternativ: PE-Flaschen):

   Die Szintillationsgefäße werden vor der Benutzung in ein Becherglas mit Spülsäure über Nacht eingelegt und am nächsten Tag mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet. Nach der Verwendung für das Abfüllen der Aufschlusslösungen werden die Szintillationsgefäße entleert und dann entsorgt.

   Filter:

   Die Filter (Schwarzband) werden zuerst gefaltet und dann jeweils 50 Stück in eine Nutsche gelegt. Sie werden dann mit 2 l Spülsäure p.a. plus durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. reinst säurefrei gespült.

   übrige Geräte:

   Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Veraschung der Filter:

Zur Bestimmung der Rückstandsmenge bzw. des SiO_2-Gehalts werden die Filter mit dem Rückstand im Muffelofen verascht. Dazu werden die Filter mit dem Rückstand mit einer Pinzette aus den Trichtern genommen und so in Porzellantiegel gestopft, daß die Filter nicht aus dem Tiegel herausschauen. Die Porzellantiegel werden im Muffelofen zur Veraschung der Filter samt Rückstand 4 Stunden bei 850 °C geglüht.
Nach dem Abkühlen auf ca. 100 °C werden die Tiegel mit einer Tiegelzange in Exsikkatoren gestellt.
Die Rückstandsmenge wird durch Auswiegen an der Analysenwaage wie folgt ermittelt: zunächst wird der Tiegel mit Rückstand mit einer Tiegelzange auf die Waage gestellt und die Waage mit Tara auf Null gestellt. Dann wird der Tiegel heruntergenommen und der Rückstand mit einem Pinsel ausgefegt. Nun wird der Tiegel erneut auf die Waage gestellt. Die Waage zeigt nun mit negativem Vorzeichen das Rückstandsgewicht an, das in erster Näherung dem SiO_2-Gehalt entspricht.

c.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
B	7.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6
P	44.1.6
S	54.1.6
Zn	73.1.6

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Heinrichs et. al. (1989):Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 149, S. 350 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DAN1.1 Pflanze
3. König u. Fortmann (1999): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, 1. Ergänzung: 1. Ergänzung: 1996-1999; Teil 3: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Gerätekurzanleitungen, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 60, Untersuchungsmethode und DAN2.2 Pflanze

Pflanze	**Verbrennungsaufschluss nach Schöniger**	**BZE Level I+II**

Norm: in Anlehnung an DIN 51400-3 bzw. DIN EN 14582	**HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Bei Schöniger-Aufschluss wird die Probe in Sauerstoffatmosphäre verbrannt. Die entstehenden Gase (z.B. Cl_2, SO_2) werden in demineralisiertem Wasser (oder anderen geeigneten Absorptionslösungen) absorbiert. In der Absorptionslösung können dann die Reaktionsprodukte (z.B. Chlorid) bestimmt werden. Es laufen folgende Reaktionen ab:

$$2\ MCl + 1/2\ O_2 \xrightarrow{\text{Verb.Pt-Heizsp.}} M_2O + Cl_2 \uparrow,$$

$$M_2O + 2\ H_2O \rightarrow 2\ MOH + H_2 \uparrow,$$

$$Cl_2 + H_2O \rightarrow 2\ HCl + 1/2\ O_2 \uparrow, \text{ mit}$$

M = z.B. Na^+, K^+, org. Verb.

2. Störungen:

Bei schwer zu verbrennenden Materialien kann es zu Minderbefunden kommen.

3. Geräte und Zubehör:

Kolbenverbrennungsapparatur nach Schöniger
Spezialfilterpapiere Schleicher und Schuell (Best.-Nr. 250218017 / Größe 20x20x40 mm oder 250218018 / Größe 35x35x70 mm) (siehe Anhang 1)
Sauerstoffflasche mit Druckminderer und Schlauch zum Einleiten des Gases in den Erlenmeyerkolben
Erlenmeyerkolben 750 ml mit Schliff (siehe Anhang 1)
Schliffstopfen mit Platinhalterung (siehe Anhang 1)
Szintillationsgefäße
Dispenser 20 ml

4. Chemikalien:

Sauerstoff: O_2 (ein besonderer Reinheitsgrad ist nicht erforderlich).

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode B1.2.1 bzw. B1.2.2 und B1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung des Verbrennungsaufschlusses erfolgt in Anlehnung an die DIN 51400-3 bzw. DIN EN 14582.

a.) Einwiegen der Probe in das Filterpapier:

Zunächst wird das Spezialfilterpapier zur Reinigung mit viel H_2O demin. gespült und anschließend in einem Gefäß im Trockenschrank bei ca. 60 °C vollständig getrocknet. Für den Aufschluss wird das Filterpapier wie in Anhang 1, Abb. 2 dargestellt gefaltet. Das so zu einer Tüte gefaltete Papier wird auf die Waage gelegt, die Waage auf Null tariert und dann ca. 40-70 mg der Probe eingewogen. Die Filtertüte wird durch über Eck falten geschlossen und in das Körbchen der Platinhalterung (siehe Anhang 1, Abb. 2) des Schliffstopfens geklemmt. Die "Lunte" des Filterpapiers wird in die Spirale gesteckt. Danach wird der Schliffstopfen auf eine gepolsterte saubere Unterlage gelegt.

b.) Durchführung des Aufschlusses:

In den Erlenmeyerkolben wird mit einer Pipette 20 ml H_2O demin. (oder eine andere Absorptionslösung) geben. Dann wird das Nadelventil der Sauerstoffflasche soweit geöffnet, bis Gas ausströmt. Über einen Schlauch an der Gasflasche, der so tief wie möglich in den Erlenmeyerkolben gehalten wird, wird ca. 10-20 Sekunden Sauerstoff in den Kolben eingeleitet. Danach wird der Kolben sofort mit dem Schliffstopfen verschlossen.

Den Kolben wird verkehrt herum in die Aufschlussapparatur eingesetzt und die Schutzklappe geschlossen. Anschließend wird der Zündknopf solange gedrückt, bis die Heizspirale zu glühen anfängt und die Probe verbrennt.
Nachdem alles vollständig verbrannt ist, kann der Erlenmeyerkolben aus der Apparatur entnommen werden. Der geschlossene Kolben wird unter dem Abzug 3 Minuten lang geschwenkt. Dadurch soll erreicht werden, dass das gesamte Verbrennungsgasgemisch benetzt wird. Erst nach dieser Zeit ist die vollständige Absorption der Gase in der Absorptionsflüssigkeit gewährleistet.
Anschließend wird die im Kolben befindliche Probe in eine PE-Flasche überführt.

Anmerkungen:

1. Der Schöniger-Aufschluss muss unter einem Abzug durchgeführt werden!
2. Die Sauerstoffflasche muss unbedingt mit einer Gasflaschenhalterung am Arbeitstisch befestigt sein!

c.) Bestimmung der Elemente in der Absorptionslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Cl	**13.2.4**
S	**54.1.4** **54.2.4**

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN 51400-3: Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen - Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) - Teil 3: Verbrennung nach Schöniger; Thorin-Sulfonazo-III-Titration; Ausgabe: 2001-06
2. DIN EN 14582 (Norm-Entwurf): Charakterisierung von Abfällen - Halogen- und Schwefelgehalt - Sauerstoffverbrennung in geschlossenen Systemen und Bestimmungsmethoden; Deutsche Fassung prEN 14582:2002; Ausgabe:2002-11
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode ClGES1.1 Pflanze

ANHANG 1

Abb. 1:
Verbrennungskolben nach Schöniger

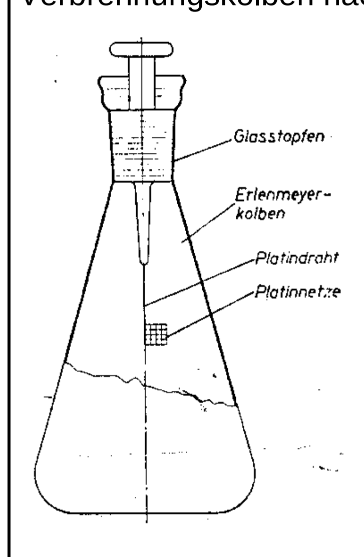


Abb. 2:
Spezialfilterpapier



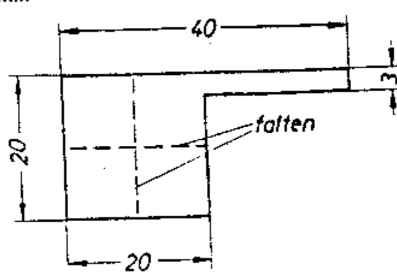
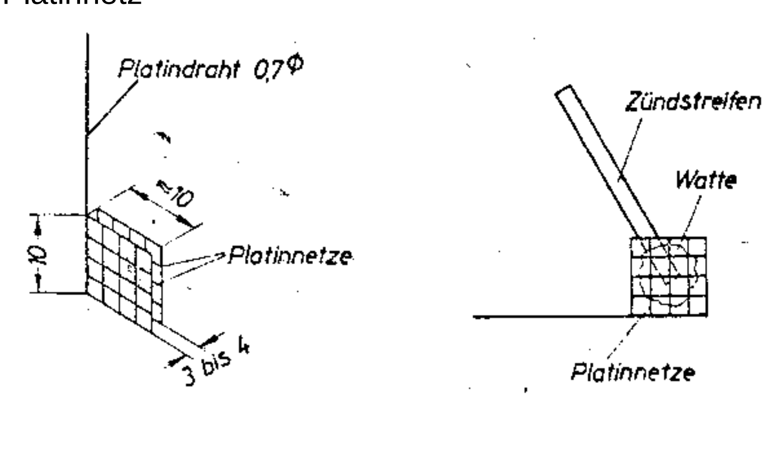


Abb. 3:
Platinnetz



Pflanze	Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF mit Mikrowelle	Länder (SH)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Mit einem Salpetersäure-Flusssäureaufschluss ist ein vollständiger Aufschluss von Pflanzenproben möglich. Dabei oxidiert Salpetersäure die organischen Bestandteile, wobei das Nitrat zu nitrosen Gasen (NO_x mit $1 \le x \le 2$) reduziert wird. Flusssäure vermag Silikate unter Bildung von leicht flüchtigem SiF_4 zu lösen.
Zur Beschleunigung und Vervollständigung des Aufschlusses sowie zur Vermeidung von Kontaminationen wird bei erhöhten Temperaturen (170 – 240°C) in verschlossenen Druckbehältern aus Kunststoff gearbeitet. Überschüssiges HF und H_2SiF_6 werden anschließend abgeraucht.

2. Störungen:

Beim Aufschluss mit HNO_3/HF können sich organische Ablagerungen in Form schwarzer Ränder in den Aufschlußgefäßen bilden. Diese Ablagerungen sind nahezu reiner Kohlenstoff und führen nicht zu einer Verminderung der Elementgehalte. Diese Rückstände lassen sich in der Regel mit Aceton oder ähnlichem entfernen.

3. Geräte und Zubehör:

Mikrowellenofen mit Teflondruckbehältern
Mulitpette oder ähnliches inertes Säuredosiersystem
Wägeschiffchen
Analysenwaage, Wägegenauigkeit mind. +/- 0,1 mg
PFA-Messkolben

4. Chemikalien:

Flußsäure (HF) ,40 % p.a.
Salpetersäure (HNO_3), 70 % suprapur
Aceton p.a.

5. Lösungen

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden B1.2.1 und B1.3.1

7. Durchführung:

Sicherheitshinweis:
Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Aufschluss

500 mg einer getrockneten und gemahlenen Pflanzenprobe werden in den Teflon-Druckbehälter eingewogen, mit 9,5 ml Salpetersäure versetzt und durch Schwenken des Behälters mit der Probe vermischt. Danach werden 0,5 ml Flusssäure hinzu gegeben. Die Behälter werden verschlossen und in der Mikrowelle erwärmt. Das Aufschlussprogramm kann je nach Mikrowellenofen unterschiedlich aufgebaut sein. Ein Beispiel für einen Programmablauf ist im Folgenden aufgelistet:

Time 1	10:00	Minuten
Power 1	30%	(300 Watt)
Time 2	1:00	Minuten
Power 2	80%	(800 Watt)
Time 3	2:00	Minuten
Power 3	12%	(120 Watt)
Time 4	3:00	Minuten
Power 4	50 %	(500 Watt)

Nach Beendigung des Aufschlusses und Abkühlen der Druckbehälter wird die Aufschlusslösung in PFA-Messkolben überführt und mit Reinstwasser bis zur Eichmarke aufgefüllt.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
B	7.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6

Element	HFA-Methode Teil D
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**
Zn	**73.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) HNO_3-Druckaufschluss, Methode B3.2.1: Es werden mit dieser Methode die Gesamtgehalte bestimmt, die für einige Elemente höher sind als die mit dem Druckaufschluss mit HNO_3 erfassten Gehalte, insbesondere bei Al und K.

9. Literatur:

1. Bedienungsanleitungen mega 1200 (1991) und ETHOS plus (2001), Fa. Mirkowellen-Laborsysteme GmbH, Auenweg 37, D-88299 Leutkirch

Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil C	BZE Level I+II Länder

C. Wasseruntersuchungen

Wasser	Teil C1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Wasser	Lagerung vor der Probenvorbereitung	**Level II** Länder (SH, MV, NI, ST, HE, SN, BB, BW, SL, BY)

Norm: --- | **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, im Kühlraum bei ca. 4 °C dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. $NH_4 \leftrightarrow NO_3 \leftrightarrow N_{org}$) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Probenkühlung und Dunkellagerung verlangsamt oder unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben führt zum Abscheiden von Probenkomponenten die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum oder Kühlschrank, auf 4 +/- 1 °C thermostatiert

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die von den Versuchsflächen gelieferten und mit Deckel verschlossenen Proben-Sammelgefäße oder die in beschrifteten Probenflaschen abgefüllten Wasserproben werden in einen Kühlschrank oder geordnet in Kunststoffkisten in einen Kühlraum gebracht und dort bei 4 +/-1 °C gelagert.
Die Lagerdauer ohne Probenvorbehandlung (z.B. Filtration) sollte so kurz wie möglich sein, da die Probenveränderungen in unfiltrierten Proben erheblich größer sind als in filtrierten Proben.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1 UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air

pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.

2 König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethode Wasser L1.1

Wasser	Lagerung nach der Probenvorbereitung	Level II Länder (MV, NI, ST, HE, SN, BW, BB, SL, BY, TH)
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden nach der entsprechenden Probenvorbehandlung (z.B. Filtration, Mischen) in den Probeflaschen im Kühlraum bei ca. 4 °C dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. $NH_4 \leftrightarrow NO_3 \leftrightarrow N_{org}$) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Filtration, insbesondere Membranfiltration sowie durch Probenkühlung und Dunkellagerung deutlich verlangsamt oder ganz unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben führt zum Abscheiden von Probenkomponenten die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum oder Kühlschrank, auf 4 +/- 1 °C thermostatiert

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die im Labor vorbehandelten Wasserproben werden in den Probeflaschen in einen Kühlschrank oder geordnet in Kunststoffkisten in einen Kühlraum gebracht und dort bei 4 +/-1 °C gelagert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.

2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethode Wasser L1.1

Wasser	**Lagerung nach der Probenvorbereitung (Einfrieren der Proben)**	**Länder (SH, NW, RP)**
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden nach der entsprechenden Probenvorbehandlung (z.B. Filtration, Mischen) in den Probeflaschen im Gefrierschrank bei ca. -18 °C eingefroren und dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. $NH_4 \leftrightarrow NO_3 \leftrightarrow N_{org.}$) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Filtration, insbesondere Membranfiltration sowie durch das Einfrieren der Proben und Dunkellagerung deutlich verlangsamt oder ganz unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben kann allerdings zum Abscheiden von Probenkomponenten (z.B. DOC) führen, die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Gefrierschrank oder –truhe (-18 °C thermostatisiert)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die im Labor vorbehandelten Wasserproben werden in den PE-Probeflaschen in einen Gefrierschrank gebracht und dort bei -18 +/- 1 °C eingefroren und gelagert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12

Wasser	Lagerung vor der Probenvorbereitung (Einfrieren der Proben)	Länder (TH, BB, NW, RP)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, im Gefrierschrank bei ca. -18 °C eingefroren und dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. $NH_4 \leftrightarrow NO_3 \leftrightarrow N_{org.}$) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Filtration, insbesondere Membranfiltration sowie durch das Einfrieren der Proben und Dunkellagerung deutlich verlangsamt oder ganz unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben kann allerdings zum Abscheiden von Probenkomponenten (z.B. DOC) führen, die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Gefrierschrank oder –truhe (-18 +/- 1 °C thermostatisiert)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die von den Versuchsflächen gelieferten und mit Deckel verschlossenen Proben-Sammelgefäße oder die in beschrifteten Probenflaschen abgefüllten Wasserproben werden in einen Gefrierschrank gebracht und dort bei -18 +/-1 °C eingefroren und bis zur weiteren Probenvorbereitung gelagert.

Die Lagerdauer ohne Probenvorbehandlung (z.B. Filtration) sollte so kurz wie möglich sein, da die Probenveränderungen in unfiltrierten Proben erheblich größer sind als in filtrierten Proben.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12

Wasser	Filtration mit Papierfilter	Länder (BB, HE, NI, ST, NW, RP, SL)

Norm: --- | **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch ein gespültes Papierfilter (Schwarzband) in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungs-probenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Manche Filterpapiere geben Kationen wie Na oder Ca und teilweise auch Schwermetalle ab und müssen deshalb vor der Verwendung gründlich gespült werden.

3. Geräte und Zubehör:

Glastrichter oder Kunststofftrichter
Filtrationsgestell
Schwarzband-Filter (185 mm), div. Hersteller
Filternutsche Porzellan
Absaugflasche
Becherglas
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Papierfilter: Ca. 50 Schwarzband-Filter werden in eine Porzellannutsche gelegt und mit Hilfe einer Absaugflasche ca. 2 l H_2O demin in kleinen Portionen durch die Filter in der Nutsche gesaugt.

Kunststofftrichter: die Trichter werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:

1. überschüssige Filter, die anschließend nicht für das Filtrieren verwendet werden, werden im Trockenschrank getrocknet, wieder weggepackt und vor der späteren Verwendung lediglich erneut mit H_2O demin. befeuchtet.

b. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Schwarzbandfilter werden feucht gefaltet und in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 250 ml PE- oder PP-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Um das Filterpapier auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filterpapier in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Papierfilter: Ca. 50 Schwarzband-Filter werden in eine Porzellannutsche gelegt und mit Hilfe einer Absaugflasche ca. 1 l verd. HNO_3 in kleinen Portionen durch die Filter in der Nutsche gesaugt. Anschließend werden die Filter mit H_2O demin. säurefrei gespült.
Glastrichter: die Trichter werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:

1. Überschüssige Filter, die anschließend nicht für das Filtrieren verwendet werden, werden im Trockenschrank getrocknet, wieder weggepackt und vor der späteren Verwendung erneut gespült.
2. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO_3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:

1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.
2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Schwarzbandfilter werden feucht gefaltet und in die gespülten Glastrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 50 ml PE-, PP- oder PFA-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Um das Filterpapier auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filterpapier in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.

2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition, S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethoden Wasser F1.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Filtration mit Membranfilter	Level II Länder (BB, BY, SH, MV, BW)
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch einen mit Probe gespülten Membranfilter in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungsprobenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Manche Membranfilter geben Kationen ab und müssen deshalb mit Probelösung vorgespült werden.

3. Geräte und Zubehör:

Membranfilter (z.B. Cellulosenitrat) 0,45 µm
Filtrationsvorsätze für Spritzen oder Unterdruck-Filtrationsapparatur oder Druckfiltrationsapparatur
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Kunststoff-Pinzette
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Filtrationsvorsätze für Spritzen: die Bauteile der Fitrationsvorsätze bzw. der Filtrationsapparatur werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
Filtrationsapparatur: Die Einzelteile der Filtrationsapparatur werden mit H_2O demin. gründlich gespült. Vom Aufsatz und vom Unterteil werden anhängende Wasser-

tropfen abgeschüttelt, das Lochblech (PTFE) oder die gelochte Filterauflagefritte (Glas oder geeigneter Kunststoff) werden durch Auflegen auf ein Papiertuch weitestgehend getrocknet.

PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

b. Filtrieren der Proben:

1. Filtration mit Spritzen und zerlegbaren Filtrationsvorsätzen:

Die Membranfilter werden in die gespülten Filtrationsvorsätze eingelegt. Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrationsvorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.

2. Filtration mit Spritzen und Einmal-Filtrationsvorsätzen:

Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Einmal-Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrationsvorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.

3. Filtration mit einer Unterdruck-Filtrationsapparatur:

Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) mit Hilfe der Kunststoffpinzette eingelegt. Dann wird die Apparatur auf den Vakuum-Saugtopf, in den eine PE- oder PP-Flasche zum Auffangen der Probe gestellt wurde, aufgesetzt. Beim Eingießen der zu filtrierenden Probe wird der Vakuumhahn des Saugtopfes aufgedreht und die Probe durch den Filter in die Flasche gesaugt. Anschließend wird der Filtrationsaufsatz (Ober-, Unterteil, Lochbleche, Teflonring) zerlegt und gespült.

4. Filtration mit einer Überdruckapparatur:

Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) mit Hilfe der Kunststoffpinzette eingelegt. Die Probe wird in den oberen Teil gefüllt und der Deckel fest verschlossen. Über einen Druckregeler und den Gasanschluss an der Filtrationsapparatur wird mit Stickstoff ein Überdruck aufgebaut, der für eine befriedigende Perkolationsrate sorgt (ca. 1 bar). Bei Stammabflüssen oder Streulysimeterlösungen mit hohen Konzentrationen an suspendierten Feststoffen (TOC) muss der Druck teilweise erhöht werden. Das Filtrat wird in eine gespülte PE- oder PP-Flasche überführt.

Anmerkungen:

1. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
2. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungs-

verhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend mit der Filtrationsspritze oder der Filtrationsapparatur in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Filtrationsvorsätze für Spritzen: die Bauteile der Fitrationsvorsätze bzw. der Filtrationsapparatur werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.

Filtrationsapparatur: Die Einzelteile der Filtrationsapparatur werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gründlich gespült. Vom Aufsatz und vom Unterteil werden anhängende Wassertropfen abgeschüttelt, das Lochblech (PTFE) oder die gelochte Filterauflagefritte (Glas oder geeigneter Kunststoff) werden durch Auflegen auf ein Papiertuch weitestgehend getrocknet.

PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:

1. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit mind. 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO_3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:

1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.

2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:

1. Filtration mit Spritzen und zerlegbaren Filtrationsvorsätzen:
Die Membranfilter werden in die gespülten Filtrationsvorsätze eingelegt. Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrationsvorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.
2. Filtration mit Spritzen und Einmal-Filtrationsvorsätzen:
Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Einmal-Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrations-vorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.
3. Filtration mit einer Unterdruck-Filtrationsapparatur:
Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) mit Hilfe der Kunststoffpinzette eingelegt. Dann wird die Apparatur auf den Vakuum-Saugtopf, in den eine PE-, PP- oder PFA-Flasche zum Auffangen der Probe gestellt wurde, aufgesetzt. Beim Eingießen der zu filtrierenden Probe wird der Vakuumhahn des Saugtopfes aufgedreht und die Probe durch den Filter in die Flasche gesaugt. Anschließend wird der Filtrationsaufsatz (Ober-, Unterteil, Lochbleche, Teflonring) zerlegt und gespült.
4. Filtration mit einer Überdruckapparatur:
Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) mit Hilfe der Kunststoffpinzette eingelegt. Die Probe wird in den oberen Teil gefüllt und der Deckel fest verschlossen. Über einen Druckregeler und den Gasanschluss an der Filtrationsapparatur wird mit Stickstoff ein Überdruck aufgebaut, der für eine befriedigende Perkolationsrate sorgt (ca. 1 bar). Bei Stammabflüssen oder Streulysimeterlösungen mit hohen Konzentrationen an suspendierten Feststoffen (TOC) muss der Druck teilweise erhöht werden. Das Filtrat wird in eine gespülte PE-, PP- oder PFA-Flasche überführt.

Anmerkungen:

1. Beim Verwenden einer Filtrationsapparatur müssen Membranfilter verwendet werden, die vorher auf die Abgabe von Kationen, insbesondere Schwermetallen, geprüft worden sind, da ein Vorspülen der Filter in der Apparatur sehr aufwendig ist.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten,

unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend mit der Filtrationsspritze oder der Filtrationsapparatur in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethoden Wasser F2.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Filtration mit Filtergaze	Länder (SN)
Norm: ---	HBU: ---	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch ein Sieb mit Filtergaze (Nylon) in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungsprobenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Vor dem Ersteinsatz sollten neue Filter durch Spülen mit verd. HNO_3 konditioniert werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kunststofftrichter oder Glastrichter
Filtrationsgestell
Gazefilter (Teesiebtyp-Nylongewebe), Porengröße 70 µm
Absaugflasche
Becherglas
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt.

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Die Gazefilter werden in passende Kunststofftrichter eingelegt. Nach dem Filtrationsvorgang wird der Filter zur Vorbereitung auf die nächste Probe in der Gegenrichtung mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
Kunststofftrichter: die Trichter werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.

PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

b. Filtrieren der Proben:
Die gespülten Gazefilter werden in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 250 ml PE- oder PP-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:
1. Um das Filter auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filtersieb in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Kunststoff- oder Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filtersieb in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen
a. Spülen der Filter und Geräte:
Die Gazefilter werden in passende Kunststofftrichter eingelegt. Nach dem Filtrationsvorgang wird der Filter zur Vorbereitung auf die nächste Probe in der Gegenrichtung mit verd. HNO_3 in kleinen Portionen und danach mit H_2O demin. säurefrei gespült anhängende Tropfen werden abgeschüttelt.
PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:
1. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:
Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das

ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO_3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:

1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.
2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Gazefilter werden in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 50 ml PE-, PP- oder PFA-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Um das Filter auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filtersieb in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethoden Wasser F1.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Teil C2: chemische Untersuchungsmethoden	BZE Level II Länder

Wasser	Alkalinitätsbestimmung mittels Titration mit Endpunkt pH 3 oder pH 4,5	Level II
Norm: in Anlehnung an DIN EN ISO 9963-1	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] - [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Glaselektrode
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette oder Dilutor

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.
2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration zum Endpunkt 4,5 eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probegefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen.
2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräte-herstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid ($H_2O + CO^2 \leftrightarrow H+ + HCO_3^-$) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgasstrom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet

Element	HFA-Methode Teil D
H	76.1.4

d. Berechnung der Alkalinität

Die Alkalinität A errechnet sich wie folgt aus dem Säureverbrauch:

$$A\ [mmolc/l] = \frac{V_s * T * 1000}{P} - 0.029$$

V_s = Verbrauch Säure bis pH 4.5 [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Titration mit 2 Endpunkten, Methode C2.1.2: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.

b.) Gran-Titration, Methode C2.1.3: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.

9. Literatur:

1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Wasser	Alkalinitätbestimmung mittels Titration mit 2 Endpunkten	Level II Länder (BB)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] - [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Glaselektrode
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette oder Dilutor

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.
2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration mit 2 Endpunkten (pH 4,5 und 4,2) eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probengefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen. Danach wird die Titration fortgesetzt, bis der pH-Wert 4,2 erreicht ist. Der Säureverbrauch wird an der Bürette abgelesen.
2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch an den beiden Endpunkten für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid (H_2O + $CO^2 \leftrightarrow H+$ + HCO_3^-) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgas-

strom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet:

Element	HFA-Methode Teil D
H	76.1.4

d. Berechnung der Alkalinität

Die Alkalinität A errechnet sich wie folgt aus dem Säureverbrauch:

$$A\ [\mathrm{mmolc/l}] = \frac{(2V_{s\,4,5} - V_{s\,4,2}) * T * 1000}{P}$$

$V_{s4,5}$ = Verbrauch Säure bis pH 4.5 [ml], $V_{s4,2}$ = Verbrauch Säure bis pH 4.2 [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) Titration mit 1 Endpunkt, Methode C2.1.1: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.
b.) Gran-Titration, Methode C2.1.3: die Ergebnisse sind identisch.

9. Literatur:
1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Wasser	Alkalinitätsbestimmung mittels Gran-Titration	Level II Länder (NI)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] – [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Einstabmesskette
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.
2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration mit 4 Endpunkten (pH 4,5 und 4,2 und 4,0 und 3,7) eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probengefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen. Danach wird die Titration fortgesetzt, bis die pH-Werte 4,3, 4,0 und 3,7 erreicht sind. Der jeweilige Säureverbrauch wird an der Bürette abgelesen.
2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch an den 4 Endpunkten für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid (H_2O + $CO^2 \leftrightarrow H+$ + HCO_3^-) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgas-

strom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet:

Element	HFA-Methode Teil D
H	

d. Berechnung der Alkalinität

Die mittels des Titrators ermittelten Säureverbrauchsmengen für die jeweiligen pH-Werte werden wie folgt mit dem Titer der Säure und dem vorgelegten Probenvolumen verrechnet:
Zunächst wird berechnet, wie viel mol Säure (H+) benötigt wird, um in der Probe eine den 4 pH-Werten entsprechende Protonenkonzentration einzustellen:

$$V_n\,[\mathrm{mol}] = \frac{V_s * T}{1000} \qquad n = pH3{,}7;\, pH4{,}0;\, pH4{,}3;\, pH4{,}5$$

Dann wird die H+-Konzentration in der Gesamtlösung für die 4 Titrationsstufen - berechnet:

$$H_n\,[\mathrm{mol}] = 10^{-pH} * \frac{P + V_s}{1000} \qquad n = pH3{,}7;\, pH4{,}0;\, pH4{,}3;\, pH4{,}5$$

Die V_n-Werte (X) werden gegen die H_n-Werte (Y) aufgetragen. Für diese vier Punkte wird eine Ausgleichsgerade (Regressionsgerade) und der Korrelationskoeffizient berechnet. Aus der Steigung und dem Achsenabschnitt berechnet sich die Alkalinität nach GRAN wie folgt:

$$A\,[\mathrm{mmolc/l}] = \frac{\mathrm{Achsenabschnitt} * 1000}{\mathrm{Steigung} * \frac{P}{1000}}$$

V_s = Verbrauch Säure bis pH n [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) Titration mit 1 Endpunkt, Methode C2.1.1: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.
b.) Titration mit 2 Endpunkten, Methode C2.1.2: die Ergebnisse sind identisch.

9. Literatur:

1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assessment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Boden Humus Pflanze Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil D	BZE Level I+II Länder

D. Elementbestimmungsverfahren

Boden Humus Pflanze Boden	Teil D: Vorbemerkungen	BZE Level I+II Länder

1. Hinweise zur Nummerierung der Kapitel und Unterkapitel:

Die Nummerierung der Kapitel des Teils D entspricht der elementbezogen alphabetischen Nummerierung des Kapitels 3.4.1 des Handbuchs der Bodenuntersuchung (HBU) ergänzt um die Kapitel D76 und D77 für pH und Leitfähigkeit.
Die Nummerierung der Unterkapitel bezieht sich auf die chemische Form des jeweiligen Elements, wobei das Unterkapitel 1 jeweils die Bestimmungsverfahren für den Gesamtgehalt des Elements enthält.
Die weitere Unterteilung beschreibt die Bestimmungsverfahren der jeweiligen chemischen Form des Elements in den folgenden 6 Matrices:
1. Boden (Festphase)
2. Humus (Festphase)
3. Pflanze (Festphase)
4. wässrige Lösung
5. Salzextrakt
6. saure Aufschlusslösung

Unter jedem dieser Unterpunkte sind dann die einzelnen möglichen Bestimmungsverfahren für diese Matrix aufgelistet.
In der tabellarischen Auflistung der Verfahren ist in der ersten Spalte der Tabelle jeweils nur die Nummer für die Matrix und die Unternummer für das Bestimmungsverfahren aufgelistet, während die Kapitel- und die Unterkapitelnummer oben links in der Kopfzeile der Tabelle steht. Die vollständige Kapitelnummer setzt sich als aus der Nummer in der Kopfzeile und der in der ersten Tabellenspalte der jeweiligen Methodenzeile zusammen. (Beispiel: Das Alges-Bestimmungsverfahren mittels AAS-Flamme nach DIN EN ISO 12020 in wässriger Lösung hat die Kapitelnummer D1.1.4.1)

2. Hinweise zu den zitierten Normen:

a. <u>DIN-Normen zur Wasserbeschaffenheit:</u>
Die DIN-Normen zur Wasserbeschaffenheit gelten in der Regel für wässrige Lösungen. In manchen Normen wird darauf hingewiesen, dass sie nach entsprechender Matrixanpassung auch für die Messung in Salzextrakten oder Aufschlusslösungen angewandt werden können.
Im HFA, Teil D, wird für die jeweiligen Elemente und Elementverbindungen zwischen Elementbestimmungsverfahren zur Messung in wässrigen Lösungen, Salzextrakten und sauren Aufschlusslösungen unterschieden. Dabei werden Normen zur Wasserbeschaffenheit sowohl für die Messung in wässrigen Lösungen als auch für die Messung in Salzextrakten oder sauren Aufschlusslösungen angegeben, wenn keine Normen vorliegen, die explizit für die Messung in Extrakten bzw. Aufschlüssen entwickelt worden sind. In diesen Fällen ist es unbedingt erforderlich, die Standards an

die Matrix der Extrakte bzw. Aufschlüsse anzupassen und mögliche Störungen durch die Salz- oder Aufschlussmatrix zu berücksichtigen!

b. DIN-Normen zur Bodenbeschaffenheit:
Die DIN-Normen zur Bodenbeschaffenheit gelten in der Regel nur für Bodenproben. Die dort beschriebenen Elementbestimmungsverfahren sind jedoch teilweise auch auf andere Probenarten wie Humus- oder Pflanzenproben anwendbar. In solchen Fällen wird auf die Norm verwiesen, jedoch mit der einschränkenden Formulierung „in Anlehnung an DIN.....“

c. Abweichung von der DIN-Norm:
In einer Reihe von Normen werden nur Durchführungsrahmen festgelegt, während für Details eventuell auf Angaben des jeweiligen Geräteherstellers verwiesen wird oder dem Anwender erforderliche Anpassungen an die jeweilige Matrix oder andere Besonderheiten seines Messproblems zugestanden werden. Wenn jedoch in einer Norm explizite Vorgaben zur Messung gemacht werden (z.B. eine Auswahl bestimmter Wellenlängen bei der ICP-Messung), müssen diese für die normengerechte Anwendung des Verfahrens auch eingehalten werden. Aus diesem Grund werden Elementbestimmungsverfahren, die andere Wellenlängen (bei ICP, AAS oder Photometrie), Massen (bei ICP-MS) oder Reagenzien (bei photometrischen Verfahren) als in der Norm angegeben verwenden, als nicht normgerecht eingestuft und deshalb als neue Verfahren ohne Norm-Verweis in dieser Methodensammlung aufgelistet.

3. Hinweise zum Handbuch der Bodenuntersuchung:

Das HFA, Teil D, enthält neben den Normverweisen auch Hinweise auf die Stellen, an denen die jeweilige Methode oder Norm im Handbuch der Bodenuntersuchung (HBU) zu finden ist. Hierbei wird so verfahren, dass das Kapitel des HBU angegeben wird, in dem sich die gedruckte Form der Norm oder Methode tatsächlich befindet und nicht das Kapitel, das nur indirekt über das jeweilige Element auf die Norm oder Methode verweist. Berücksichtigt wurden im HBU veröffentlichte Methoden bis zur 16. Ergänzungslieferung (Juni 2005).

Al_{ges}	Aluminium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D1.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 237,312 (Störung möglich durch Mn); 394,401
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 27
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 394,401
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 27
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)l
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:226,91; 237,312 (Störung möglich durch Mn); 257,51; 256,798; 266,039; 309,271
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 27

Literatur:

Nr. D1.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): ISO 12020, Ausgabe: 1997-03: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Aluminium - Atomabsorptionsspektrometrische Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

As_{ges}	Arsen Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D3.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 193,696 (Störung möglich durch Fe, Al); 197,197 (Störung möglich durch Fe, Al); 189,042 (Störung möglich durch Al, Cr, Mo); unbedingt Matrixanpassung der Standards nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 75
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 75
.4.5	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/ Kaltdampf	DIN EN ISO 11969, HBU 3.4.1.3b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Vorreduktion von As (V) zu As (III) mit Kaliumjodid-Ascorbinsäure-Lsg.
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder Ni als Nitrat)
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/ Kaltdampf	DIN EN ISO 11969 HBU 3.4.1.3b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Vorreduktion von As (V) zu As (III) mit Kaliumjodid-Ascorbinsäure-Lsg. Hinweis: Nach den Erfahrungen des GAFA neigt die Hydrid-AAS zu niedrigeren Werten!
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder Ni als Nitrat)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 193,696 (Störung möglich durch Fe, Al); 197,197 (Störung möglich durch Fe, Al); 189,042 (Störung

				möglich durch Al, Cr, Mo); unbedingt Matrixanpassung der Standards nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen; 193,759 (Störung möglich durch Fe)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chloridhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!

<u>Literatur:</u>

Nr. D3.1	**Literatur**
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.3	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 11969, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Arsen - Atomabsorptionsspektrometrie (Hydridverfahren) (ISO 11969:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11969:1996
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.4
.6.2	• siehe .5.1
.6.3	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .4.2
.6.6	• siehe .4.3
.6.7	• siehe .4.5

Ba_{ges}	Barium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D4.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107;
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 137, 138
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 137, 138
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 230,425; 234,757; 413,065; 585,368
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 137, 138
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 137, 138
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 137, 138

Literatur:

Nr. D4.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 28: Bestimmung von gelöstem Barium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 28)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4

Pb_{ges}	Blei Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D6.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6, HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier

				(Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.5.2	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlängen: 283,3; 217,0 Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 217,0 Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 217,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse

				durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!

Literatur:

Nr. D6.1	**Literatur**
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 38406-6, Ausgabe:1998-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 6: Bestimmung von Blei mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 6)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.6
.6.1	• siehe .4.2

.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.3
.6.7	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6

B_{ges}	Bor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D7.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 10, 11
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 10, 11
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 249,678 (Störung möglich durch Fe, Cr); 208,959 (Störung möglich durch Al, Mo); 249,773 (Störung möglich durch Fe)
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 10, 11
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 10, 11

<u>Literatur:</u>

Nr. D7.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.2

Br_{Br-}	Brom Bromid	BZE Level I+II

Nr. D8.2	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20a u. 20d	

Literatur:

Nr. D8.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie – Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1: 1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996

Cd_{ges}	Cadmium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D9.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden ((Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961, HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 214,438 (Störung möglich durch Fe); 226,502 (Störung möglich durch Fe); 228,802 (Störung möglich durch As, Co, Ni)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 111, 114
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 111, 114
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961, HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 111, 114
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961 HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.2	Saure	AAS-	DIN EN ISO	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von

	Aufschl.Lsg.	Graphitrohr	15586 HBU 3.4.1.1b	Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 214,438 (Störung möglich durch Fe); 226,502 (Störung möglich durch Fe); 228,802 (Störung möglich durch As, Co, Ni)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114 Hinweis: bei der Verwendung von Zirkonoxid-Mahlgeräten in der Probenvorbereitung muss die Störung der Cd-Messung durch die Bildung von ZrO+- bzw. ZrOH+-Mole-külionen beachtet werden. Eine zuverlässige Analyse mit Quadrupol-ICP-MS ist dann in der Regel nur bei der Verwendung des 114Cd-Isotops möglich.
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 111, 114 Hinweis: bei der Verwendung von Zirkonoxid-Mahlgeräten in der Probenvorbereitung muss die Störung der Cd-Messung durch die Bildung von ZrO+- bzw. ZrOH+-Mole-külionen beachtet werden. Eine zuverlässige Analyse mit Quadrupol-ICP-MS ist dann in der Regel nur bei der Verwendung des 114Cd-Isotops möglich.
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 111, 114

Literatur:

Nr. D9.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 5961, Ausgabe:1995-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium durch Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 5961:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5961:1995
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren

.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.6
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.4	• siehe .4.3
.6.5	• siehe .4.4
.6.6	• siehe .4.5
.6.7	• siehe .4.6

Ca_{ges}	Calcium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D11.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 370,603; 396,847
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 43, 44
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 422,673
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 370,603; 396,847; 422,673; 430,253 (Störung möglich durch Ti); 616,217 (Störung möglich durch Ti)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 43, 44

.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich

Literatur:

Nr. D11.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN EN ISO 7980, Ausgabe:2000-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Calcium und Magnesium - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 7980:1986); Deutsche Fassung EN ISO 7980:2000
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions**-**spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

Cl_{ges}	Chlor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D13.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		

Literatur:

Nr. D13.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin

Cl_{Cl}^{-}	**Chlor** **Chlorid**	**BZE** **Level I+II**

Nr. D13.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1, 2 u.-4 HBU 3.4.1.20[a] u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	Ionenselek-tive Direkt-potentio-metrie	DIN EN ISO 15682	CFA; Potentiometrie mit Ag/AgCl-Elektrode
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15682	CFA oder FIA; Spektrophotometrie mit Hg-Thiocyanat bei 480 nm; Hinweis: Störungen bei gefärbten bzw. huminstoffhaltigen Lösungen möglich; vorgeschaltete Dialyse notwendig
.4.4	Wässrige Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-1	Titration mit $AgNO_3$ und potentiometrische Indikation
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-1	Titration mit $AgNO_3$ und potentiometrische Indikation

Literatur:

Nr. D13.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 10304-4, Ausgabe:1999-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 4: Bestimmung von Chlorat, Chlorid und Chlorit in gering belastetem Wasser (ISO 10304-4:1997); Deutsche Fassung EN ISO 10304-4:1999
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): DIN EN ISO 15682, Ausgabe:2002-01: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Chlorid mittels Fließanalyse (CFA und FIA) und photometrischer oder potentiometrischer Detektion (ISO 15682:2000); Deutsche Fassung EN ISO 15682:2001
.4.3	• siehe .4.2
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN 38405-1, Ausgabe:1985-12: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung der Chlorid-Ionen
.6.1	• siehe .4.4

Cr_{ges}	Chrom Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D14.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN 1233, HBU 3.4.1.14.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform zulässig) und Matrix-Modifier entsprechend den Empfehlungen d. Geräteherstellers
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier $(Mg(NO_3)_2$
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 205,552 (Störung möglich durch Fe, Mo); 267,716 (Störung möglich durch Mn, V); 283,563 (Störung möglich durch Fe, Mo); 284,325 (Störung möglich durch Fe)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier $(Mg(NO_3)_2$
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-

				sichtigt werden
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 357,9; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme Hinweis: bei Luft/Acetylen-Flamme Lanthan-Zusatz erforderlich
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN 1233 HBU 3.4.1.14.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform zulässig) und Matrix-Modifier entsprechend den Empfehlungen des Geräteherstellers
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 205,552 (Störung möglich durch Fe, Mo); 267,716 (Störung möglich durch Mn, V); 283,563 (Störung möglich durch Fe, Mo); 284,325 (Störung möglich durch Fe)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden

Literatur:

Nr. D14.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996):

	DIN EN 1233, Ausgabe:1996-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Chrom - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie; Deutsche Fassung EN 1233:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.2
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.6
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .6.1
.6.5	• siehe .4.3
.6.6	• siehe .4.4
.6.7	• siehe .4.5
.6.8	• siehe .4.6

Co_{ges}	Cobalt Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D15.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform vorteilhaft) und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 228,616 (Störung möglich durch Ti)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 240,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; 241,2; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peak-flächenauswertung verwendet werden!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform vorteilhaft) und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)

				Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peakflächenauswertung verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peakflächenauswertung verwendet werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 228,616 (Störung möglich durch Ti)
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 230,786 (Störung möglich durch Ni); 267,716
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich

Literatur:

Nr.	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): DIN 38406-24, Ausgabe:1993-03: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Cobalt mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 24)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.5
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium,

	Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.5	• siehe .6.1
.6.6	• siehe .4.3
.6.8	• siehe .4.4
.6.9	• siehe .4.5

Fe_{ges}	Eisen Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D17.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 54
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 19684-6, HBU 3.4.1.17.2a	oxalat-lösliches Eisen mit AAS-Flamme; geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 234,349; 240,488; 271,441
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 216,677; 234,349; 259,94; 271,441; 273,955;
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 54

Literatur:

Nr. D17.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN 38406-32, Ausgabe:2000-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 32: Bestimmung von Eisen mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 32)

.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.5.1	• Siehe .4.1
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN 19684-6, Ausgabe:1997-12: Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – Chemische Laboruntersuchungen – Teil 6: Besehalts an oxalatlöslichem Eisen
.5.3	• siehe .4.2
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2

F_F^-	Fluor Fluorid	BZE Level I+II

Nr. D20.2	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20ª u. 20b	
.4.2	Wässrige Lsg.	Ionenselek-tive Direk-potentio-metrie	DIN 38405 HBU 3.4.1.20b	F-selektiver Elektrode; Verwendung von Ionenpuffern notwendig
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Ionenselek-tive Direk-potentio-metrie	DIN 38405 HBU 3.4.1.20b	F-selektiver Elektrode; Verwendung von Ionenpuffern notwendig

Literatur:

Nr. D20.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1985): DIN 38405-4, Ausgabe:1985-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung von Fluorid (D 4)
.6.1	• siehe .4.2

K_{ges}	Kalium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D30.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.3	Wässrige Lsg.	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von K mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 39
.4.6	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 39
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.3	Salzextrakt	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von K mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen.

				Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 39
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von K mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 39
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 39

Literatur:

Nr. D30.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): ISO 9964-2, Ausgabe:1993-05: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Natrium und Kalium; Teil 2: Bestimmung von Kalium mittels Atomabsorptionsspektrometrie
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1992): DIN 38406-13, Ausgabe:1992-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Kalium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme (E 13)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Natrium und Kalium - Teil 3: Bestimmung von Natrium und Kalium mittels Flammenphotometrie (ISO 9964-3:1993)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von

	ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionen-chromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.7

C_{ges}	Kohlenstoff Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D31.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484 HBU 3.4.1.31.1d	
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	
.5.1	Salzextrakt	Elementar-analyse	DIN EN 1484 HBU 3.4.1.31.1d	
.5.2	Salzextrakt	Elementar-analyse	ISO 8245	

Literatur:

Nr. D31.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2

C_{org}/DOC	Kohlenstoff Kohlenstoff organisch / gelöster organischer Kohlenstoff	BZE Level I+II

Nr. D31.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit HCl
.1.2	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 (bestimmt nach DIN ISO 10693)
.1.3	Boden (Festphase)	Elementar-analyse		indirekte Corg-Bestimmung an Carbonat-haltigen Böden durch C-CO_3-Bestimmung nach trockener Veraschung
.1.4	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN EN 15936 HBU 3.4.1.31.1e	A: indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 B: direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit HCl
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit HCl
.2.2	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 (bestimmt nach DIN ISO 10693)
.2.3	Humus (Festphase)	Elementar-analyse		indirekte Corg-Bestimmung an Carbonat-haltigen Böden durch C-CO_3-Bestimmung nach trockener Veraschung
.2.4	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperatur-programm; Hinweis: $MgCO_3$ kann zu Verschiebungen der Grenze C-CO_3/Corg führen
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Hydrogencarbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Hydrogencarbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		DOC-Bestimmung durch Messung der Farbänderung einer Indikatorlösung nach Zerstörung von Carbonaten/Hydro-gencarbonaten mit Säure, Oxidation des org. C und Austreiben des CO2 über eine gasdurchlässige Membran
.5.1	Salzextrakt	Elementar-	DIN EN 1484	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung

		analyse		von Carbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)
.5.2	Salzextrakt	Elementar-analyse	ISO 8245	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)

Literatur:

Nr. D31.2	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)
.1.2	• siehe .1.1
.1.4	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. (Herausgeber); DIN EN 15936, November 2012. Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall - Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) mittels trockener Verbrennung; Deutsche Fassung EN 15936:2012
.2.1	• siehe .1.1
.2.2	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2

C_{CO3}	**Kohlenstoff Carbonat**	**BZE Level I+II**

Nr. D31.3.	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Volumetrie	DIN ISO 10693, HBU 3.5.6a	Gas-volumetrische Bestimmung nach Scheibler
.1.2	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Cges-Bestimmung nach Veraschung der org. Substanz
.1.3	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperaturprogramm
.1.4	Boden (Festphase)	Coulometrie		
.1.5	Boden (Festphase)	Volumetrie	In Anlehnung an TGL 25418-05	volumetrische Bestimmung nach 1 min. Kochen in 40%iger H_3PO_4
.1.6	Boden (Festphase)	Volumetrie	VDLUFA A5.3.2	CO_2-Druckbestimmung nach Zersetzung der Carbonate mit HCl
.1.7	Boden (Festphase)	Gaschroma-tographie		Gaschromatographische CO_2-Bestimmung nach Zerstörung der Carbonate mit H_3PO_4
.2.1	Humus (Festphase)	Volumetrie	in Anlehnung an DIN ISO 10693 in Anlehnung an HBU 3.5.6a	Gas-volumetrische Bestimmung nach Scheibler
.2.2	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Cges-Bestimmung nach Veraschung der org. Substanz
.2.3	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperatur-programm; Hinweis: $MgCO_3$ kann zu Verschiebungen der Grenze C-CO_3/Corg führen
.2.4	Humus (Festphase)	Coulometrie		
.2.5	Humus (Festphase)	Volumetrie	VDLUFA A5.3.2	CO_2-Druckbestimmung nach Zersetzung der Carbonate mit HCl
.2.6	Humus (Festphase)	Gaschroma-tographie		Gaschromatographische CO_2-Bestimmung nach Zerstörung der Carbonate mit H_3PO_4
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484	indirekte C-CO_3-Bestimmung durch Messung von TC vor und nach Säurezusatz
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	indirekte C-CO_3-Bestimmung durch Messung von TC vor und nach Säurezusatz
.4.3	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse		direkte C-CO_3-Bestimmung durch Verbrennung bei 100 °C und Phosphor-säurezusatz

Literatur:

Nr.	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Carbonatgehaltes - Volumetrisches Verfahren (ISO 10693:1995)
.1.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)
.1.3	• siehe .1.2
.1.5	• Technische Güte- und Lieferbedingungen der Deutschen Demokratischen Republik, 1977: TGL 25418/05: Chemische Bodenuntersuchung - Bestimmung des Kalziumkarbonatgehaltes
.1.6	• VDLUFA (1997): VDLUFA-Handbuch Bd. 1, Die Untersuchung von Böden; Methode A5.3.2 Manometrische Bestimmung der Carbonate
.2.1	• siehe .1.1
.2.2	• siehe .1.2
.2.3	• siehe .1.2
.2.5	• VDLUFA (1997): VDLUFA-Handbuch Bd. 1, Die Untersuchung von Böden; Methode A5.3.2 Manometrische Bestimmung der Carbonate
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03

Cu_{ges}	**Kupfer Gesamtgehalt**	**BZE Level I+II**

Nr. D32.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$)
.4.3	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396; Hinweis: Bei Verwendung eines Ultraschall-zerstäubers ist darauf zu achten, dass die Matrixeinflüsse erheblich sind. Es muss mit angepasster Matrix gemessen werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 63, 65
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$)
.6.4	Saure	AAS-	DIN 38406-7,	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von

	Aufschl.Lsg.	Graphitrohr	HBU 3.4.1.32b	Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396; Hinweis: Bei Verwendung eines Ultraschall-zerstäubers ist darauf zu achten, dass die Matrixeinflüsse erheblich sind. Es muss mit angepasster Matrix gemessen werden!
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 223,008 (Störung möglich durch Mn, Mo)
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd. VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 63, 65
.6.10	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich

Literatur:

Nr. D32.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1991): DIN 38406-7, Ausgabe:1991-09: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Kupfer mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 7)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.3	• siehe .4.1
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2009): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der

	induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.4
.5.2	• siehe .4.5
.5.3	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6
.6.10	• siehe .4.7

Mg_{ges}	**Magnesium Gesamtgehalt**	**BZE Level I+II**

Nr. D36.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlänge: 280,270
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 24, 25
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 280,270;
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 24, 25
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:257,61; 277,983; 280,270; 383,23;
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 24, 25

Literatur:

Nr. D36.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN EN ISO 7980, Ausgabe:2000-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Calcium und Magnesium - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 7980:1986); Deutsche Fassung EN ISO 7980:2000
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

Mn_{ges}	Mangan Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D37.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:260,569; 293,930
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 55
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 55
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 55
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:260,569; 293,930
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 55
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:259,373 (Störung durch Fe möglich); 260,568; 279,482;

				293,930; 294,928
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 55
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 55
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 55

Literatur:

Nr. D37.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN 38406-33, Ausgabe:2000-06: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 33: Bestimmung von Mangan mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 33)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.6
.6.7	• siehe .4.7

Mo_{ges}	Molybdän Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D38.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 202,030 (Störung mögl. durch Al, Fe); 204,598
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 95, 98
.5.1	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 95, 98
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 313,3; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje) und Graphitrohr pyrolytisch beschichtet Zeeman Graphitrohr, Rohr pyrolytisch beschichtet
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 202,030 (Störung mögl. durch Al, Fe); 204,598
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 203,844
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 95, 98

Literatur:

Nr. D38.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**):

	DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.3
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .4.3

Na_{ges}	Natrium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D39.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.3	Wässrige Lsg.	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 23
.4.6	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 23
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.3	Salzextrakt	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen.

				Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 23
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 23
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Masse: 23

Literatur:

Nr. D39.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): ISO 9964-1, Ausgabe:1993-05: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Natrium und Kalium; Teil 1: Bestimmung von Natrium mittels Atomabsorptionsspektrometrie
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1992): DIN 38406-14, Ausgabe:1992-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Natrium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme (E 14)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Natrium und Kalium - Teil 3: Bestimmung von Natrium und Kalium mittels Flammenphotometrie (ISO 9964-3:1993)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von

	ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionen-chromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.7

Ni_{ges}	Nickel Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D42.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.4.3	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme

.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 227,021; 341,476
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd. VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.10	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung

Literatur:

Nr. D42.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1991): DIN 38406-11, Ausgabe:1991-09: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Nickel mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 11)

.4.2	• siehe .4.1
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.5
.5.4	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6
.6.10	• siehe .4.7

P_{ges}	Phosphor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D44.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu)
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 6878	Bestimmung mit Ammoniummolybdat, Detektion bei 880 nm; Störungen durch Silikat und Arsenat möglich
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15681-1 u. 2	Oxidation der P-Verbindungen mit Peroxodisulfat; anschl. Molybdänblau-Bestimmung mit FIA (680-720 nm) oder CFA (880nm)
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	Geeignete Masse: 60
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu); Hinweis: Bei Verwendung der Linien 213,618 und 214,914 ist wegen der auftretenden starken Untergrundsmesssignale auf eine sorgfältige Auswahl der Untergrundmesspositionen zu achten!
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	Geeignete Masse: 60
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu) Hinweis: Bei Verwendung der Linien 213,618 und 214,914 ist wegen der auftretenden starken Untergrundsmesssignale auf eine sorgfältige Auswahl der Untergrundmesspositionen zu achten!
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943

.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 31
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	Spektro-photometrie	In Anlehnung an DIN EN ISO 6878	CFA nach Neutralisation der Aufschlusslösung; Detektion bei 880 nm mit Ammoniummolybdat; Störungen durch Silikat und Arsenat nach Aufschluss
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	Geeignete Masse: 60

Literatur:

Nr. D44.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 15681-1 Ausgabe 2005-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-1:2004; Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO 15681-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-2:2004
.4.4	• (Norm-Entwurf) OENORM EN ISO 15681-1+2, Ausgabe:2004-08-01: Wasser-Beschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließ-analytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO 15681-2:2003)
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe: 2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.3 • Olsen, S.R. u. Sommers, L.E. (1982): Chapter „Phosphorus“ in: Page, A.L. et al. (1982): Methods of Soil Analysis, Part 2: Chemical and Microbiological Properties; American Society of Agronomy; Madison, Wisconsin
.6.5	• Siehe .4.5

P_{PO_4}	Phosphor Phosphat	BZE Level I+II

Nr. D44.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20a u. 20b	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 6878	Bestimmung mit Ammoniummolybdat, Detektion bei 880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15681-1 u. 2	Molybdänblau-Bestimmung mit FIA (680-720 nm) oder CFA (880 nm); Störungen durch Silikat und Arsenat möglich
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 820-880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 700 nm mit Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure; gestoppte Reaktion mit Arsenit/Citrat; Störungen durch Huminstoffe möglich
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	VDLUFA A6.2.1.1, HBU 3.4.1.44.2a	Messung als Molybdänblau bei 580 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 700 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 820-880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich

Literatur:

Nr. D44.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 6878, Ausgabe:2004-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Phosphor - Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat (ISO 6878:2004); Deutsche Fassung EN ISO 6878:2004
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005):

	DIN EN ISO 15681-1 Ausgabe 2005-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-1:2004; Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO 15681-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-2:2004
.4.4	• Murphy, J. u. Riliey, J.P. (1962): A modified single solution method for determining of phosphate in natural waters; Anal. Chim. Acta 27 (1962), S. 31ff
.5.1	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (1991): Methodenhandbuch, Band I, Die Untersuchung von Böden; Kap. A 6.2.1.1: Bestimmung von Phosphor und Kalium im Calcium-Acetat-Lactat (CAL)-Auszug; VDLUFA-Verlag, Darmstadt
.5.2	• Just, G. (1983): Bodenuntersuchungen im Labor. In: Anleitung für die forstliche Standortserkundung im nordostdeutschen Tiefland (Standortserkundungsanleitung). SEA 83 - B- 11. VEB Forstprojektierung Potsdam
.6.1	• siehe .4.4

Hg_{ges}	**Quecksilber Gesamtgehalt**	**BZE Level I+II**

Nr. D47.1	**Matrix**	**Mess-verfahren**	**Norm HBU-Verweis Methode**	**Anmerkungen**
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN 38406-12 HBU 3.4.1.47b	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.4.3	Wässrige Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN EN 13506	
4.4	Wässrige Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN EN ISO 17852 HBU 3.4.1.47f	
.5.1	Salzextrakt	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.5.2	Salzextrakt	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN 38406-12 HBU 3.4.1.47b	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 200, 202
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN EN 13506	
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN ISO 16772 HBU 3.4.1.47d	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN ISO 16772 HBU 3.4.1.47d	Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid

Literatur:

Nr. D47.1	Literatur
.1.1	• Environmental Protection Agency (EPA) (1998): EPA-Method 7473: Mercury In Solids And Solutions By Thermal Decomposition, Amalgamation, And Atomic Absorption Spectrophotometry
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN 1483, Ausgabe:1997-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber; Deutsche Fassung EN 1483:1997
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1980): DIN 38406-12, Ausgabe 1980-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung des Quecksilbers
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): DIN EN 13506, Ausgabe:2002-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber mittels Atomfluoreszenzspektrometrie; Deutsche Fassung EN 13506:2001
.4.4	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.]: DIN EN ISO 17852, April 2008. Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber - Verfahren mittels Atomfluoreszenzspektrometrie (ISO 17852:2006); Deutsche Fassung EN ISO 17852:2008
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.6.1	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN ISO 16772 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber in Königswasser-Extrakten von Boden durch Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie oder Kaltdampf-Atomfluoreszenzspektrometrie (ISO 16772:2004)
.6.5	• Siehe .6.4

S_{ges}	Schwefel Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D54.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 15178, HBU 3.4.1.54b	Katalysator-Zusatz erforderlich
.1.2	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 15178 in Anlehnung an 3.4.1.54b	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 15178 in Anlehnung an 3.4.1.54b	
.3.2	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca)
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 33, 34
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca)
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 180,731 (Störung möglich durch Ca); 181,972; 182,624
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca); Hinweis: die Wellenlänge 180,669 sollte wegen tendenziell zu hoher Werte und der Ca-Störung bei Bodenaufschlüssen vermieden werden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 180,731 (Störung möglich durch Ca); 181,972; 182,624
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 33, 34

Literatur:

Nr. D54.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): DIN ISO 15178, Ausgabe:2001-02: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Gesamtschwefels nach trockener Verbrennung (ISO 15178:2000)
.1.2	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zu-

	sammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.3.2	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.5.1	• siehe .4.1
.6.1	• siehe .4.1

S_{SO4}	**Schwefel** **Sulfat**	**BZE** **Level I+II**

Nr. D54.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20a u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES		Hinweis: In wässrigen Lösungen ist in der Regel der S-SO4-Gehalt identisch mit dem Sges-Gehalt. In huminstoffhaltigen Lösungen muss jedoch der Sorg-Gehalt der Huminstoffe wie folgt berücksichtigt werden: Bestimmung von Sges nach DIN EN ISO 11885 und Corg nach DIN EN 1484; rechnerische Subtraktion des Sorg vom Sges nach der Gleichung: S-SO4 (mg/l) = Sges (mg/l) – (Corg (mg/l) / 130);
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 460 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich; Blindwertkorrektur für gefärbte und huminstoffhaltige Lösungen über Blindkanal mit Ca-Methylthymolblau
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 460 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich;
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 620 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich;
.4.6	Wässrige Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-5	Komplexometrische Titration nach Kationen-Austausch

Literatur:

Nr. D54.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• König u. Fortmann (1999): Berichte des Forschungszentr. Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 59; Methode SSO4ICP1.1
.4.3	• König u. Fortmann (1996): Berichte des Forschungszentr. Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 47; Methode SSO4CFC1.2
.4.4	• Coloros, E. et. al. (1976): Linearizing the calibration curve in determination of sulfate by

	the methylthymol blue methode, Anal. Chem. 48, 1693 ff.
.4.5	• siehe .4.4
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1985): DIN 38405-5, Ausgabe:1985-01: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung der Sulfat-Ionen (D5)

Si_{ges}	Silizium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D57.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 251,611; 212,412; 288,158
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme		geeignete Wellenlängen: 251,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; amorphes Si in NaOH-Lösung; Hinweis: Befreiungsreagenz wegen Fällung problematisch
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	In Anlehnung an DIN 38406-29 HBU: in Anlehnung an 3.4.1.1a	Geeignete Masse: 22

Literatur:

Nr. D57.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Si_{SiO4}	Silizium Silikat	BZE Level I+II

Nr. D57.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 16264	Bestimmung mit Ammoniummolybdat; Detektion bei 820 nm; Störung durch Phosphat und Arsenat
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-21	Bestimmung mit Ammoniummolybdat bei 810 nm; Störung durch Phosphat und Arsenat

Literatur:

Nr. D57.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 16264, Ausgabe:2004-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung löslicher Silicate mittels Fließanalytik (FIA und CFA) und photometrischer Detektion (ISO 16264:2002); Deutsche Fassung EN ISO 16264:2004
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1990): DIN 38405-21, Ausgabe:1990-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Photometrische Bestimmung von gelöster Kieselsäure (D 21)

N_{ges}	Stickstoff Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D58.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 13878, HBU 3.4.1.58a	
.1.2	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN EN 16168 HBU 3.4.58k	Verfahren nach Dumas
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 13878 in Anlehnung an 3.4.1.58a	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 13878 in Anlehnung an 3.4.1.58a	
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 12260	TN-Analysator mit Chemiluminescenz-Detektion
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit UV-Aufschluss und Nitratreduktion; Nitrit-Detektion mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethylen-diamindichlorid bei 543 nm
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11905-1	Nitratbestimmung nach oxidativem Aufschluss mit Peroxodisulfat
.4.4	Wässrige Lsg.	Chemilu-menszenz	DIN EN ISO 11905-2	Verbrennung und Oxidation zu Stickstoffdioxid; Chemilumueneszenz-Detektion
.5.1	Salzextrakt	Elementar-analyse	DIN EN 12260	TN-Analysator mit Chemiluminescenz-Detektion
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit UV-Aufschluss und Nitratreduktion; Nitrit-Detektion mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethylen-diamindichlorid bei 543 nm
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1und -2 HBU 3.4.1.58d	Batch, CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm

Literatur:

Nr. D58.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 13878, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Gesamt-Stickstoffs durch trockene Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 13878:1998)
.1.2	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. (Herausgeber); DIN EN 16168, November 2012. Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Bestimmung des Gesamt-Stickstoffgehalts mittels trockener Verbrennung; Deutsche Fassung EN 16168:2012
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998):

	DIN EN 12260, Ausgabe:2003-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Bestimmung von gebundenem Stickstoff (TNb) nach Oxidation zu Stickstoffoxiden; Deutsche Fassung EN 12260:2003
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN EN ISO 11905-1, Ausgabe:1998-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Teil 1: Bestimmung von Stickstoff nach oxidativem Aufschluß mit Peroxodisulfat (ISO 11905-1:1997)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11905-2, Ausgabe:1997-03: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Teil 2: Bestimmung von gebundenem Stickstoff nach Verbrennung und Oxidation zu Stickstoffdioxid und Chemolumineszens-Detektion
.5.2	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003)

N_{org}	**Stickstoff** **Organischer Stickstoff**	**BZE** **Level I+II**

Nr. D58.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.		Rechnerische Ermittlung	Rechnerische Ermittlung: Norg = Nges - NNH_4 - NNO_3; Bestimmung von Nges, NNH4 und NNO_3 siehe HFA, Teil D58.1, D58.3 und D58.4
.5.1	Salzextrakt		Rechnerische Ermittlung	Rechnerische Ermittlung: Norg = Nges - NNH_4 - NNO_3; Bestimmung von Nges, NNH4 und NNO_3 siehe HFA, Teil D58.1, D58.3 und D58.4

Literatur:

Nr. D58.2	Literatur
.4.1	• siehe D58.1, D58.3 und D58.4
.5.1	• siehe D58.1, D58.3 und D58.4

N_{NH4}	Stickstoff Ammonium	BZE Level I+II

Nr. D58.3	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11732	CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 650-660 nm
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	in Anlehnung an DIN EN ISO 11732	CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 692 nm
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11732	FIA mit Gasdiffusion, Alkalinisierung einer empfindlichen Pufferlösung und Farbumschlagmessung eines Mischindikators bei 590 nm
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	ISO 7150-1 und -2	Batch oder CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 650-660 nm
.4.6	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38406-5	Bestimmung mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 655 nm
.4.7	Wässrige Lsg.	Potentio-metrie		Gas-sensitive Elektrode; Messung von NH_3 nach NaOH-Zugabe
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1 und -2, HBU 3.4.1.58d, HBU 3.4.1.58e	Batch, CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 630 nm
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN 19746 HBU 3.4.1.58f	CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm

Literatur:

Nr. D58.3	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionenchromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11732, Ausgabe:1997-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Ammoniumstickstoff mit der Fließanalyse (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 11732:1997); Deutsche Fassung EN ISO 11732:1997
.4.3	• siehe .4.2
.4.4	• siehe .4.2
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1986): ISO 7150-2, Ausgabe:1986-12: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Ammonium; Teil 1: manuelles spektrometrisches Verfahren; Teil 2: Automatisches spektrometrisches

	Verfahren
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1983): DIN 38406-5, Ausgabe:1983-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung des Ammonium-Stickstoffs (E 5)
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003) • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN ISO 14256-2, Ausgabe 2005: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung Teil 2: automatisches Verfahren (ISO 14256-2:2005)
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 19746 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von mineralischem Stickstoff (Nitrat und Ammonium) in Bodenprofilen (Nmin-Laborverfahren)

N_{NO3}	**Stickstoff** **Nitrat**	**BZE** **Level I+II**

Nr. D58.4	**Matrix**	**Mess-verfahren**	**Norm HBU-Verweis Methode**	**Anmerkungen**
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. -2 HBU 3.4.1.20ª u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 13395	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamin-dihydrochlorid bei 520 – 560 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-29	Bestimmung mit Sulfosalycilsäure bei 415 nm
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-9	Bestimmung mit 2,6-Dimethylphenol bei 324 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	in Anlehnung an VDLUFA A 6.1.4.1	Direktmessung bei 210 nm vor und nach Red. des Nitrats mit Zn/Cu oder Cd/Cu Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	VDLUFA A 6.1.4.1	Direktmessung bei 210 nm vor und nach Red. des Nitrats mit Zn/Cu oder Cd/Cu Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamindihydro-chlorid bei 543 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1 und 2 HBU 3.4.1.58d, HBU 3.4.1.58e	Batch, CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethyldiamin-dihydrochlorid bei 543 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.4	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN 19746 HBU 3.4.1.58f	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamindihydro-chlorid bei 543 nm

Literatur:

Nr. D58.4	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer; Teil 2: Verfahren für belastete Abwässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 13395, Ausgabe: 1996-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Nitritstickstoff, Nitratstickstoff und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 13395:1996); Deutsche Fassung EN ISO 13395:1996
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1994): DIN 38405-29, Ausgabe:1994-11: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Anionen (Gruppe D) - Teil 9: Photometrische Bestimmung von Nitrat mit Sulfosalizylsäure (D 29); ISO 7890-3:1988, modifiziert
.4.4.	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1979): DIN 38405-9, Ausgabe:1994-11: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Anionen (Gruppe D) - Teil 29: Bestimmung des Nitrat-Ions (D 9)
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band 1: Die Untersuchung von Böden; Abschnitt A 6.1.4.1; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 1991
.5.1	• siehe .4.5
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003) • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN ISO 14256-2, Ausgabe 2005: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung Teil 2: automatisches Verfahren (ISO 14256-2:2005)
.5.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 19746 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von mineralischem Stickstoff (Nitrat und Ammonium) in Bodenprofilen (Nmin-Laborverfahren)

Sr_{ges}	Strontium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D59.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 407,771; 421,552; 460,733
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 86; 88
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 407,771; 421,552; 460,733
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 215,284 (Störung möglich durch P); 346,446
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 86; 88
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 86; 88

<u>Literatur:</u>

Nr. D59.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.6.1	• siehe .5.1
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.6.4	• Siehe .5.2

Ti_{ges}	Titan Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D64.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 334,941 (Störung möglich durch Ca, Cr, Si); 336,121; 337,280; 368,520 (Störung möglich durch Co, Cr)
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 330,188; 338,376; 338,576 (Störung möglich durch Fe)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 46, 47, 48

Literatur:

Nr. D64.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009

Zn_{ges}	Zink Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D73.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-8 HBU 3.4.1.73b	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 334,501; 339,198
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 64; 66; 68
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 67
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 64; 66; 68
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-8 HBU 3.4.1.73b	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe);
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 202,505; 334,501
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 64; 66; 68
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-8 HBU 3.4.1.73b	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 213,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe); Hinweis: die Wellenlänge 206,191 sollte in schwieriger Matrix vermieden werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 202,505; 334,501
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 64; 66; 68

.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		Geeignete Masse: 67
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2 HBU 3.4.1.1c	geeignete Massen: 64; 66; 68

Literatur:

Nr. D73.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN 38406-8, Ausgabe:2004-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 8: Bestimmung von Zink - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Ethin- Flamme (E 8)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.6
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .6.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.7	• siehe .4.6

Zr_{ges}	Zirkonium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D75.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA	DIN EN 15309 HBU 3.4.1.1d	
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 343,823; 354,262; 339,198
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 90
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 90

Literatur:

Nr. D75.1	Literatur
.1.1	• DIN Deutsches Institut für Normung e. V. [Hrsg.] (2007): DIN EN 15309, Ausgabe 2007-09: Charakterisierung von Abfällen und Böden - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse; Deutsche Fassung EN 15309:2007
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (**2009**): DIN EN ISO 11885, Ausgabe 2009-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004

H_{pH}	**Wasserstoff** **pH-Wert**	**BZE** **Level I+II**

Nr. D76.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	DIN 38404-5	
.4.2	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	ISO 10523	
.4.3	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	DIN ISO 10390 HBU: 3.5.1a	
.5.1	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	DIN ISO 10390 HBU 3.5.1a	
.5.2	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	DIN 38404-5	
.5.3	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	ISO 10523	

Literatur:

Nr. D76.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1984): DIN 38404-5, Ausgabe:1984-01: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C); Bestimmung des pH-Wertes (C 5)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1994): ISO 10523, Ausgabe:1994-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des pH-Wertes
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN ISO 10390, Ausgabe 2005-12: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des pH-Wertes (ISO/DIN 10390:2005)
.5.1	• siehe .4.3
.5.2	• siehe .4.1
.5.3	• siehe .4.2

LF	Leitfähigkeit	BZE Level I+II

Nr. D77.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	Leitfähigkeit	DIN EN 27888 HBU 3.5.3.c	Hinweis: Trotz Temperaturkompensation sollte möglichst bei 25°C gemessen werden. Sofern am Gerät einstellbar muss die Steilheit der Temperaturkompensation laufend überprüft werden.
.4.2	Wässrige Lsg.	Leitfähigkeit	DIN ISO 11265 HBU 3.5.3a	Hinweis: Trotz Temperaturkompensation sollte möglichst bei 25°C gemessen werden. Sofern am Gerät einstellbar muss die Steilheit der Temperaturkompensation laufend überprüft werden.

Literatur:

Nr. D77.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): DIN EN 27888, Ausgabe:1993-11: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (ISO 7888:1985); Deutsche Fassung EN 27888:1993
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11265, Ausgabe:1997-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit (ISO 11265:1994 + ISO 11265:1994/Corr.1:1996)

Boden Humus Pflanze Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil E	BZE

E. Methoden-Codierung

Boden Humus Pflanze Wasser	Aufbau des Methoden-Codes	BZE

0. Aufbau des Methoden-Codes

0.1 Bisherige Entwicklung des Methoden-Codes

Für die erste Ausgabe des Handbuchs Forstliche Analytik (HFA) 2005 war im Gutachterausschuss Forstliche Analytik (GAFA) ein Methoden-Code entwickelt worden, der in erster Linie dazu dienen sollte, für die 2. bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE II) eine datenbanktechnisch eindeutige und auswertbare vollständige Dokumentation der Analysenmethoden zu ermöglichen. Gleichzeitig sollten aber auch alte Analysedaten nachträglich codiert werden können. Das System wurde bei Ringanalysen zur BZE II getestet und zum Teil korrigiert, verbessert und ergänzt.

Im Jahr 2008 wurde im Rahmen des UBA F+E Vorhabens „Auswertung der Veränderung des Bodenzustands für Boden-Dauerbeobachtungsflächen (BDF) und Validierung räumlicher Trends unter Einbeziehung anderer Messnetze“ entschieden, einen Methoden-Code für die Analysedaten des Dauerbeobachtungs-Programms zu entwickeln. Bei den Vorarbeiten stieß man auf den HFA-Code und beschloss nach Rücksprache mit dem GAFA, diesen in das neue Code-System zu integrieren, damit beide Codes in einander überführbar sind und ein abgestimmter Datenaustausch zwischen den Ressorts möglich wird. Da der Code für die BDF-Flächen ausführlicher ist als der HFA-Code, kann der HFA-Code auch als Teilcode des BDF-Codes gesehen werden.

Die Fertigstellung des BDF-Codes ist im Jahre 2010 geplant. Da die Daten der BZE II bereits bis Ende 2009 mit Codierung an die Bundes-BZE-Datenbank beim von-Thünen-Institut in Eberswalde zu liefern sind, kann auf die Herausgabe des endgültigen BDF-Codes nicht gewartet werden. In Voraussicht der künftigen Integration beider Code-Systeme wurde der HFA-Code strukturell dem in der Entwicklung befindlichen BDF-Code angepasst und in einigen wesentlichen Punkten verändert. Dabei wurde darauf geachtet, dass möglichst wenige Änderungen am HFA-Code vorgenommen wurden. Die größten Änderungen sind dabei die zusätzliche Codierung der Parameter und die Abkehr von einem festen 25-stelligen Zahlencode hin zu einem frei erweiterbaren Code, der aus 21 mit ein- oder mehrstelligen Zahlen gefüllten Feldern besteht.

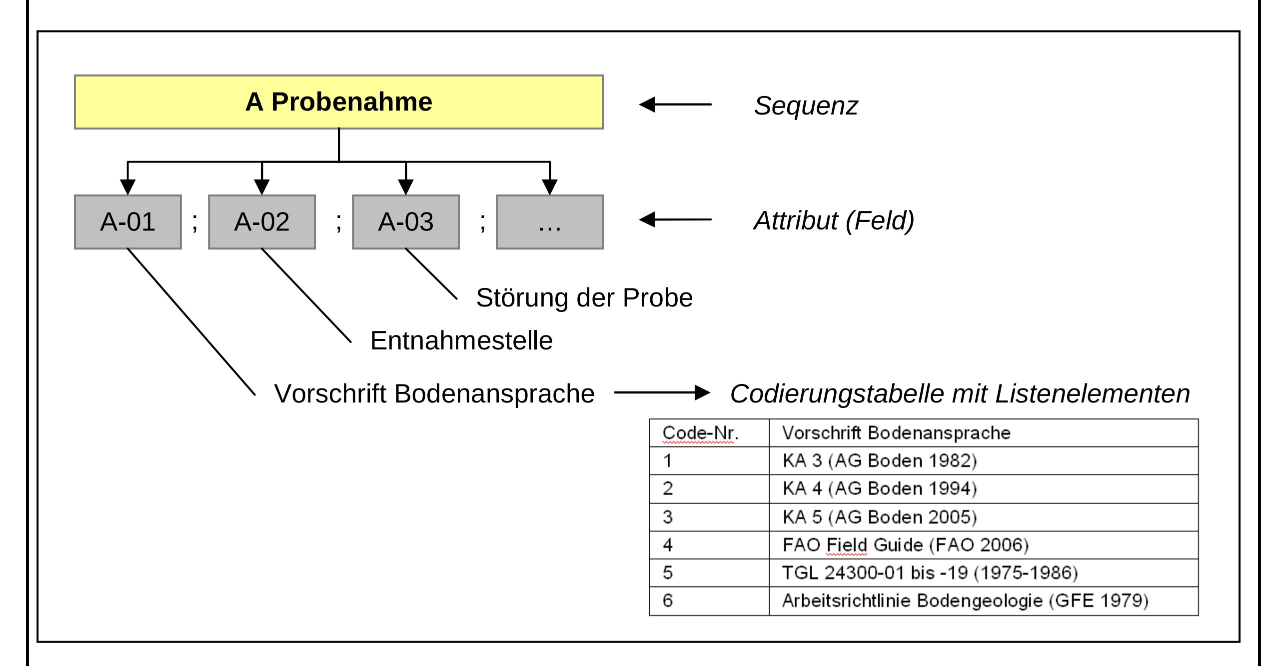
Der HFA- und der umfangreichere BDF-Code werden in Zukunft in Abstimmung zwischen dem GAFA und dem Umweltbundesamt gemeinsam ergänzt und weiter-entwickelt.

Zu hoffen ist, dass auch für andere Umweltdaten in Zukunft die BDF-Codierung verwendet wird, da nur so langfristig Daten vergleichbar und voll auswertbar gespeichert werden können.

Im Folgenden ist zunächst der Aufbau des sehr viel umfangreicheren BDF-Codes beschrieben, danach der des HFA-Codes, der für die forstliche Analytik verbindlich ist (z.B. BZE II).

0.2 Aufbau des BDF-Codes

Der BDF-Methoden-Code besteht – wie der als Kern zugrunde liegende HFA-Code - aus Sequenzen, die jeweils einen Arbeitsschritt bei der Untersuchung, wie z.B. die Probenvorbehandlung oder chemische Untersuchung, abbilden. Die Sequenzen bestehen aus einer festgelegten Anzahl von Attributen, die jeweils eine bestimmte Eigenschaft des Arbeitsschritts beschreiben (z.B. die Trocknungstemperatur oder das Extraktionsmittel in der Elementanalytik). Der Code besteht aus Ganzzahlen für jedes Attribut, die jeweils in - durch ein Semikolon separierte - Felder eingetragen werden. Der Aufbau des Methoden-Codes ist in Abbildung 1 dargestellt.



Code-Nr.	Vorschrift Bodenansprache
1	KA 3 (AG Boden 1982)
2	KA 4 (AG Boden 1994)
3	KA 5 (AG Boden 2005)
4	FAO Field Guide (FAO 2006)
5	TGL 24300-01 bis -19 (1975-1986)
6	Arbeitsrichtlinie Bodengeologie (GFE 1979)

Abb. 1: Aufbau des BDF-Methoden-Codes

Im BDF-Methoden-Code sind folgende Sequenzen enthalten:

- **A** Probenahme und -vorbehandlung (Freiland) oder Vegetationsaufnahme
- **B** Probenvorbehandlung[1] (Labor)
- **C** Untersuchungsverfahren[2]
- **D** Bestimmungsverfahren[3]

Am Anfang des Gesamt-Codes, d.h. vor der ersten Sequenz, wird der Untersuchungsparameter codiert.

Der Aufbau der Code-Sequenzen wird in Form tabellarischer Übersichten der Attribute (Felder) dargestellt:

[1] Die *Probenvorbehandlung* umfasst Arbeitsschritte wie Teilen, Sieben, Konservieren, Homogenisieren, Trocknen, Zerkleinern, Mahlen, Auftrennen der Kornfraktionen, die ausgehend von der Feldprobe zur Erstellung einer repräsentativen Laborprobe erforderlich sind.

[2] Die *Untersuchungsverfahren* umfassen die Probenvorbereitung (Arbeitsschritte wie z. B. Aufschluss, Extraktion, Anreicherungs- und Reinigungsoperationen, die für die Element- und Verbindungsanalytik notwendig sind) oder boden- und pflanzenphysikalische sowie bodenbiologische Methoden.

[3] Die *Bestimmungsverfahren* umfassen Schritte der quantitativen Element- und Verbindungsanalytik.

Beispiel für die Übersicht einer Code-Sequenz (Probenahme):

Attribut-Nr.	**A-01**	**A-02**	**A-03**	**A-04**	**A-05**
Attribut-Name	Bodenansprache Vorschrift	Entnahme Entnahmestelle	Entnahme Störung der Probe	Entnahme Art der Probe	Entnahme Anzahl Entnahme-stellen bei Mischproben
Beispiel	KA 4	Kernfläche, Zusatzfl., Profil	gestört	Mischprobe	6 bis < 12
Tabellen-ID	6	7	8	9	10

Zu den einzelnen Attributen liegen jeweils Codierungstabellen vor.

Beispiel für eine Codierungstabelle (Anzahl Entnahmestellen bei Mischproben):

Code-Nr.	**Wert**
1	<5
2	5 - <10
3	10 - <15
4	15 - <20
5	20 - <25
6	25 - <30
7	>30

Die aus dem HFA-Methoden-Code übernommenen Inhalte sind im BDF-Methoden-Code jeweils kenntlich gemacht, um die Übertragbarkeit zu gewährleisten.

Anwendung des Methoden-Codes

Der Code soll grundsätzlich als Zusatz zu jedem Analyseergebnis in Datenbanken von Untersuchungsprogrammen gespeichert werden.

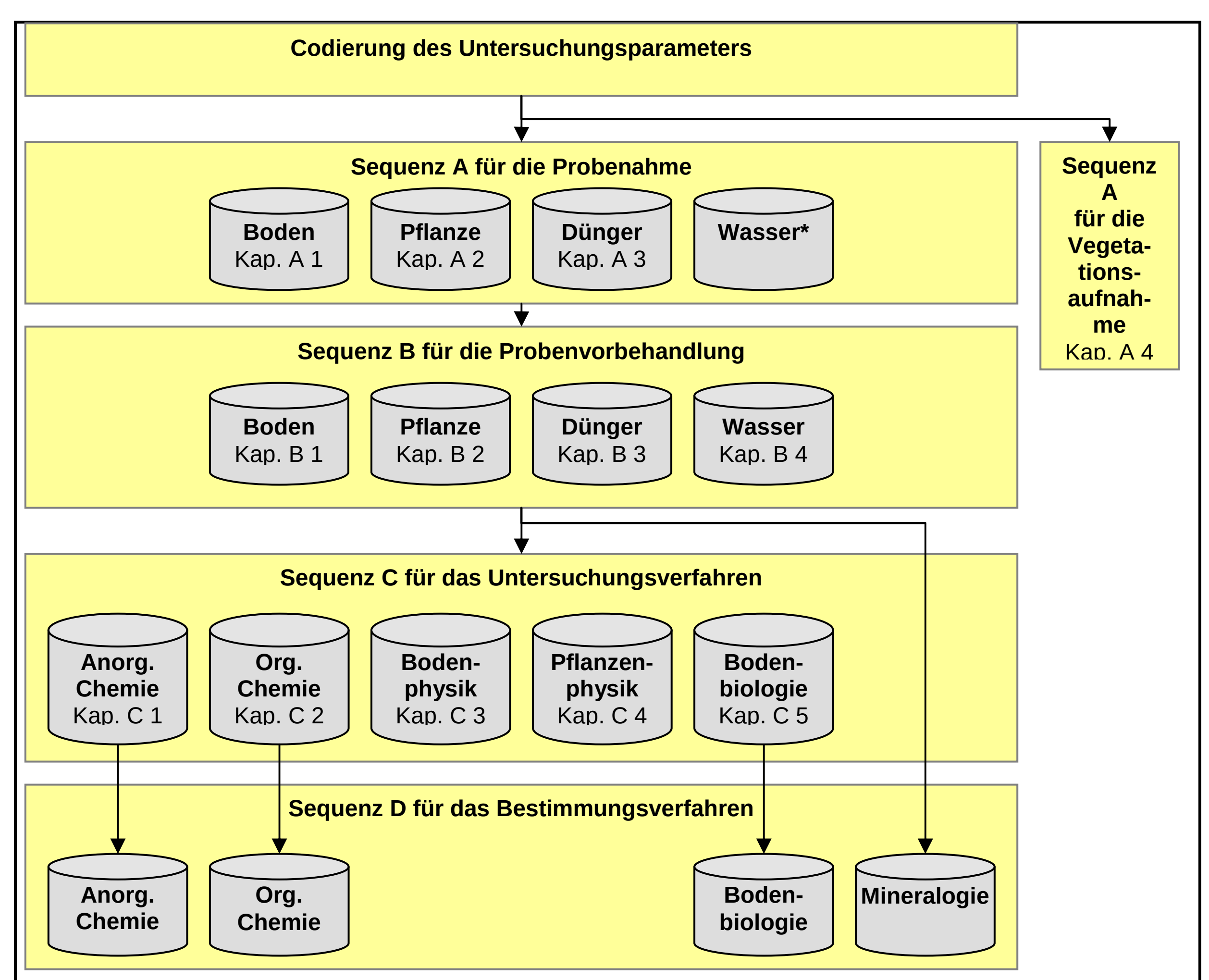
Außerhalb des Methoden-Codes sind einheitliche Angaben zur Einheit (Dimension) von Messwerten und zu Nachweis- und Bestimmungsgrenzen erforderlich. Darüber hinaus werden Angaben zur Messunsicherheit und zur analytischen Qualitätssicherung empfohlen. Diese Angaben sind zur Begrenzung des Umfangs der Codierung zunächst kein Bestandteil des Methoden-Codes, können jedoch im Rahmen der Fortschreibung ergänzt werden. Ein Datensatz für ein Analyseergebnis sollte demnach mindestens aus den in Abbildung 2 dargestellten Angaben bestehen.

Für Rückschlüsse auf die Qualität einer Analyse, d.h. zu deren Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision), sind Angaben zum Verfahren der Qualitätssicherung (z.B. Referenzmaterial, Laborvergleichsprobe, Messunsicherheit, Wiederhol- und Vergleichspräzision) unerlässlich.

Proben-Nr.		2008-118454
Einheit		mg/kg
Bestimmungsgrenze		0,01
Nachweisgrenze		0,001
Analysendatum		14.01.2008
Methoden-Code	Parameter	18
	Sequenz A	3;1;2;2;4;1;6;13;6;1;1;1;-1;-1;2;2
	Sequenz B	1;3;3;5;1;1;0;1;1;1;3;1;1;1;3;3;2;1;2;1;1;1;1;2;1;3;1
	Sequenz C	41;-3;-3;-3;1
	Sequenz D	1;1;2;0;1;1

Abb. 2: Methoden-Code als Bestandteil einer Datenbank (Beispiel)

Zur Anwendung des Codes wird empfohlen, alle Sequenzen für die untersuchten Parameter systematisch auszufüllen. Je nach Art der Probe (z.B. Boden oder Pflanze) und Art der Untersuchung (z.B. chemisch anorganisch oder bodenbiologisch) wird jeweils das passende Kapitel des Methoden-Codes herangezogen (s. Abb. 3).
In der Praxis bietet es sich zur Minimierung des Aufwands an, die Codierung für bestimmte Parametergruppen (z.B. für Schwermetalle), die mit demselben Verfahren untersucht werden, einmalig vorzunehmen und den Code anschließend DV-gestützt auf die Messwerte der Einzelparameter (z.B. Cadmium, Blei) zu übertragen („Paket-Codierung“).



* im BDF-Code noch nicht ausgeführt

Abb. 3: Vorgehensweise bei der Codierung von Analyseergebnissen mit Verweisen auf das jeweilige Kapitel im BDF-Methoden-Code

Die Erstellung des Codes kann formulargestützt z.B. in MS-ACCESS erfolgen.

Codierung des Untersuchungsparameters

Über die Codierung der methodischen Informationen hinaus ist eine Codierung des Parameters erforderlich. Der Grund dafür ist, dass sich die Bedeutung des Codes in den Sequenzen C und D je nach Parameter (Element) unterscheidet.
Die Codierung des Parameters erfolgt am Anfang des Gesamt-Codes, d.h. vor der ersten Sequenz, und im BDF-Methoden-Code jeweils innerhalb des Codes, wenn dies für die Interpretation einer Einzelsequenz notwendig ist.
Zugrunde liegt eine zwischen GAFA und UBA abgestimmte Liste für anorganische chemische und physikalische Parameter (siehe Kapitel E1). Die Parameterliste des BDF-Methoden-Codes enthält darüber hinaus weitere anorganische chemische und physikalische sowie organische und bodenbiologische Parameter.
Wichtig ist, dass die Angabe der Parameter-Nummer im Code nach der o.g. Parameterliste dazu dient, den Methoden-Code zu interpretieren. Sollten zu Auswertungszwecken gruppierende Parameterangaben notwendig sein (z.B.

„Schwermetalle“ oder „Nährelemente“), sollten diese außerhalb der Methoden-Codierung nach dem jeweiligen individuellen Bedarf angelegt werden.
In der Parameterliste erfolgt bei den Elementen eine Untergliederung mit Bezug auf die chemische Form (z.B. Isotop, carbonatisch gebunden). Auf eine Codierung der Stoff-Fraktion im Boden (z.B. Total, Gesamt, austauschbar, löslich) wird verzichtet, da diese aus der in Sequenz C dokumentierten Methode ableitbar ist.
In der nachfolgenden Tabelle sind organische Schadstoffparameter des BDF-Codes aufgeführt, die auch für die BZE II eine Rolle spielen:

Code-Nr.	Parameter	CAS-Name	CAS-NR
131	Aldrin	1,2,3,4,10,10-Hexachlor-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4-endo-5,8-exodimethanonaphtalin	309-00-2
135	Dieldrin	2,7:3,6-dimethanonaphth<2,3-b>oxirene, 3,4,5,6,9,9-hexachloro-1a,2,2a,3,6,6a,7,7a-octahydro-, (1aa,2b,2aa,3b,6b,6aa,7b,7aa)-	60-57-1
142	op-DDT	1-Chlor-2-(2,2,2-trichlor-1-(4-chlorphenyl)ethyl)benzol	789-02-6
143	pp-DDT	1,1'-(2,2,2-Trichlorethyliden)bis(4-chlorbenzol)	50-29-3
144	op-DDD	1-Chlor-2-(2,2-dichlor-1-(4-chlorphenyl)ethyl)benzol	53-19-0
145	pp-DDD	1,1'-(2,2-Dichlorethyliden)bis(4-chlorbenzol)	72-54-8
146	op-DDE	2,2,o,p'-Tetrachlorvinylidenbisbenzol	3424-82-6
147	pp-DDE	1,1'-Dichlorethenyliden-bis(4-chlorbenzol)	72-55-9
150	HCB	Hexachlorbenzol	118-74-1
151	alpha-HCH	1alpha,2alpha,3beta,4alpha,5beta,6beta-1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan	319-84-6
152	beta-HCH	1,2,3,4,5,6-Hexachlor-1a,2b,3a,4b,5a,6b-cyclohexan	319-85-7
155	gamma-HCH	1alpha,2alpha,3beta,4alpha,5alpha,6beta-1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan	58-89-9
188	PCB 28	2,4,4'-Trichlorbiphenyl	7012-37-5
190	PCB 52	2,2',5,5'-Tetrachlorbiphenyl	35693-99-3
191	PCB 101	2,2',4,5,5'-Pentachlorbiphenyl	37680-73-2
193	PCB 138	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorbiphenyl	35065-28-2
194	PCB 153	2,2',4,4',5,5'-Hexachlorbiphenyl	35065-27-1
195	PCB 180	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorbiphenyl	35065-29-3
196	Summe 6 PCB Ballschmiter	-	-
220	Naphthalin	Naphthalin	91-20-3
221	Acenaphthylen	Acenaphthylen	208-96-8
222	Acenaphthen	1,2-Dihydroacenaphthylene	83-32-9
223	Fluoren	1,2-Diphenylmethan	86-73-7
224	Phenanthren	Phenanthren	85-01-8
225	Anthracen	Anthracen	120-12-7
226	Fluoranthen	Fluoranthen	206-44-0
227	Pyren	Pyren	129-00-0
228	Benzo(a)anthracen	1,2-Benzanthracen	56-55-3
229	Chrysen	Chrysen	218-01-9
230	Benzo(b)fluoranthen	Benzo(b)fluoranthen	205-99-2
231	Benzo(k)fluoranthen	Benzo(k)fluoranthen	207-08-9
232	Benzo(a)pyren	3,4-Benzpyren	50-32-8
233	Dibenz(a,h)anthracen	Dibenz(a,h)anthracen	53-70-3
234	Indeno(1,2,3cd)pyren	Indeno(1,2,3-c,d)pyren	193-39-5
235	Benzo(g,h,i)perylen	1,12-Benzperylen	191-24-2
236	Summe der 16 PAK EPA-Liste	-	-

Codierung der Probenvorbereitungs- und Untersuchungsverfahren in Sequenz C

Für die meisten Untersuchungen werden standardisierte bzw. genormte Verfahren eingesetzt. In Teilbereichen der Bodenuntersuchung auf BDF-Flächen wie z.B. der Bodenphysik und der Bodenbiologie fehlen jedoch bislang genormte Verfahren für bestimmte Parameter. Um diese Fallgestaltungen zu codieren werden in Sequenz D des BDF-Codes drei verschiedene Vorgehensweisen für die Codierung angeboten:

1. Codierung von „BDF/HFA-Verfahren“

Die verwendeten Untersuchungsmethoden können durch die Angabe eines so genannten „*BDF/HFA-Verfahrens*“ auf einfache Weise mittels einer Zahl und einer qualifizierenden Angabe codiert werden.

Bei einem BDF/HFA-Verfahren handelt es sich um

- ein genormtes Verfahren (z.B. DIN ISO 11466)
- eine Standardarbeitsanweisung (z.B. HFA- oder VDLUFA-Methode, Hausmethode) oder
- ein sonstiges Verfahren (z.B. auf Basis einer wissenschaftlichen Publikation).

Während Standardarbeitsanweisungen eindeutige Festlegungen zur Durchführung enthalten, geben Normen häufig einen Rahmen vor. So sind Einzelheiten der Arbeitsschritte in Normen z.T. nicht festgelegt (z.B. Gerätetyp) oder wahlfrei (z.B. Extraktionsmittel oder Bestimmungsverfahren). Im Prüfbericht sind diese Einzelheiten jeweils zu dokumentieren. Wissenschaftliche Arbeiten behandeln zum Teil mehrere Verfahren. In diesem Fall erlaubt eine Literaturangabe keinen eindeutigen Schluss auf die verwendeten Methoden.

Für den Code gilt bei Verwendung eines BDF/HFA-Verfahrens:

- Ist ein BDF/HFA-Verfahren eindeutig definiert, d.h. lässt die zugrunde liegende Vorschrift keine unterschiedlichen Vorgehensweisen zu, oder unterscheiden sich Ergebnisse nicht signifikant in Abhängigkeit von der Durchführung (gleichwertige Verfahren), sind keine zusätzlichen Angaben zur Spezifizierung des Verfahrens erforderlich.
- Zur Beurteilung der Gleichwertigkeit von Verfahren ist neben der Benennung des BDF/HFA-Verfahrens im BDF-Methoden-Code eine qualifizierende Angabe im Code erforderlich. Hier ist anzugeben, ob exakt nach der genannten Vorschrift gearbeitet wurde oder ob in Einzelschritten von der Vorschrift abgewichen wurde. Für Altdaten ist es möglich, die Messwerte nachträglich einer Vorschrift zuzuordnen.

Grundlage für die im Code enthaltenen BDF/HFA -Verfahren sind die im Handbuch Forstliche Untersuchung beschriebenen „HFA-Methoden“. Darüber hinaus wurden für die Bodendauerbeobachtung die nach Barth et al. (2001) empfohlenen Methoden und die landesspezifischen BDF-Verfahren ergänzt.

Weitere BDF/HFA-Verfahren können im Code problemlos ergänzt werden. Diese sollten stets auf standardisierten und nach aktuellem Wissensstand geeigneten Verfahren basieren, um auf deren Anwendung hinzuwirken und zu vermeiden, dass auch für neu erhobene Messdaten eine Vielzahl von individuellen Verfahren in den Code integriert werden, für die Angaben zur Gleichwertigkeit fehlen.

2. Spezifizierung von BDF/HFA-Verfahren

Wenn die Verfahrensschritte des BDF/HFA-Verfahrens nicht eindeutig definiert sind, unterscheiden sich die Ergebnisse signifikant in Abhängigkeit von der Durchführung

(keine gleichwertigen Verfahren). In diesem Fall ist eine Spezifizierung der jeweiligen BDF/HFA-Verfahrensschritte für eine hinreichend genaue Methodendokumentation erforderlich. Dies erfolgt, indem - zusätzlich zur Angabe des zugrunde liegenden BDF/HFA-Verfahrens - detaillierte Angaben zur Durchführung ergänzt werden. Die Spezifizierung von BDF-Verfahren spielt besonders bei bodenphysikalischen und bodenbiologischen Untersuchungsparametern eine Rolle, da hier häufig Verbundverfahren eingesetzt werden, deren Durchführung im Einzelnen variieren kann und Informationen zur Gleichwertigkeit nicht vorliegen.

3. Codierung anderer Verfahren

Neben der vereinfachenden Codierung eines BDF/HFA-Verfahrens ist es bei den anorganisch chemischen und bodenbiologischen Untersuchungen möglich, die Durchführung anderer Verfahren über mehrere frei kombinierbare Attribute zu beschreiben.

Konventionen

Im Code ist eine konsequente Unterscheidung zwischen den Angaben „*nicht durchgeführt / nicht verwendet*“ und „*keine Angabe*“ erforderlich. Diese Unterscheidung gewährleistet eine klare Bedeutung des Codes und ermöglicht sinnvolle Prüfschritte bei der Qualitätssicherung von Daten.

Im BZE-Code wurde bislang die Null (z.B. in Form von „0“ oder „00“) für beide o.g. Bedeutungen und im Einzelfall (bei den Elementbestimmungsverfahren) für inhaltliche Angaben genutzt. Im Rahmen der Weiterentwicklung des Codes wurden folgende Konventionen zur Anwendung in jedem beliebigen Code-Feld festgelegt:

Code-Nr.	Bedeutung	Bemerkungen
-1	nicht durchgeführt / nicht verwendet	wird z.B. verwendet, wenn keine Siebung der Probe erfolgt ist
-2	Sonstige(s)	wird verwendet, falls noch nicht alle benötigten Listenelemente in einer Codierungstabelle vorgehalten werden; dies ist besonders in der ersten Anwendungsphase des Codes erforderlich. „Sonstige“ kann dann als Eintrag im Code genutzt werden, bis die jeweilige Codierungstabelle ergänzt worden ist.
-3	Angabe nicht erforderlich	wird verwendet, wenn keine Spezifizierung einer BDF/HFA-Methode erforderlich ist oder Attribute für das Untersuchungsmedium keine Rolle spielen (z.B. für Wasserproben)
-9	unbekannt	Wird verwendet, wenn keine Informationen zur Methode vorliegen (z.B. bei Altdaten)

0.3 Aufbau des neuen HFA-Codes

Der HFA-Code besteht wie bisher aus 3 Sequenzen und zusätzlich der vorgestellten Parameter-Codierung. Die Bezeichnung der 3 Sequenzen waren bisher Probenvorbereitungsmethoden, Untersuchungsmethoden und Elementbestimmungsmethoden. Diese Bezeichnungen werden nun denen des Handbuches Bodenuntersuchungen (HBU) angepasst und lauten zukünftig Probenvorbehandlungsmethoden, Untersuchungsverfahren und Bestimmungsverfahren. In der folgenden Tabelle sind die Bezeichnungen der Sequenzen des HFA- und des BDF-Codes nebeneinander dargestellt:

Sequenz	HFA-Code	BDF-Code
A	nicht erforderlich	**Probenahme und -vorbehandlung im Freiland** oder Vegetationsaufnahme
B	**Probenvorbehandlungs-methoden** (bisher: Probenvorbereitungsmethoden)	**Probenvorbehandlung im Labor**
C	**Untersuchungsverfahren** (bisher: Untersuchungsmethoden)	**Untersuchungsverfahren**
D	**Bestimmungsverfahren** (bisher: Elementbestimmungsverfahren)	**Bestimmungsverfahren**

Jede Sequenz besteht aus einer definierten Zahl von Feldern in definierter Reihenfolge, in die die jeweilige Code-Nummer einzutragen ist. Dabei besteht die Sequenz B aus 10 Feldern, die Sequenz C aus 4 Feldern und die Sequenz D aus 6 Feldern (siehe nachfolgende Kapitel).

Felder der Sequenz B (Probenvorbehandlungsmethoden):

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-010
B	Lage-rung	Trock-nung	Vor-zerklei-nerung	Vor-zerklei-nerung	Sie-bung	Siebung	Mah-lung	Mah-lung	Fil-tration	Fil-tration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschen-weite mm	Gerät	Material	Gerät	Poren-größe µm

Felder der Sequenz C (chemische Untersuchungsverfahren):

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C	HFA-Methode	Proben-behandlungs-Medium	Methode/Gerät	Endbehandlung

Felder der Sequenz D (Bestimmungsverfahren):

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	Be-stimmungs-verfahren	Kriterium 1 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 2 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 3 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 4 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 5 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)
					ev. zusätzlich element-spezifisch	ev. zusätzlich element-spezifisch

Negative Zahlen als Code werden für folgende Sachverhalte verwendet:

Beschreibung	Code
nicht durchgeführt; nicht verwendet; keine	- 1
andere; sonstige	- 2
keine Angabe erforderlich	- 3
unbekannt	- 9

Da die jeweiligen Code-Tabellen parameterabhängig sind, muss dem Code die Parameter-Codierung vorangestellt sein, um eindeutig entschlüsselbar zu sein. Die Codierung des Parameters erfolgt identisch wie im BDF-Code.

Der Gesamt-Code besteht dann aus 21 Feldern, die mit Semikolon getrennt sind: 1. Feld: Parameter-Codierung, 2.-11. Feld: Codierung der Probenvorbe-handlungsmethodik, 12.-15. Feld: Codierung des Untersuchungsverfahrens und 16.-21. Feld: Codierung des Bestimmungsverfahrens.

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Parameter	BZE

1. Codierung der Parameter

Die Codierung des Parameters erfolgt am Anfang des Gesamt-Codes, d.h. vor der ersten Sequenz. Der Grund hierfür ist, dass sich die Bedeutung des Codes in den Sequenzen C und D je nach Parameter (Element) unterscheidet.
Zugrunde liegt eine zwischen GAFA und UBA abgestimmte Liste für anorganische chemische und physikalische Parameter (siehe folgende Tabellen), die kontinuierlich von einem einzusetzenden Gremium aus GAFA- und BDF-Vertretern erweitert werden kann. Im Folgenden sind im Wesentlichen nur die für die BZE II relevanten Parameter aufgelistet.
Die Nummerierung ist nicht fortlaufend, da laufend Ergänzungen erfolgt sind und weitere Ergänzungen folgen werden.

a) Physikochemische und anorganische Parameter

Code-Nr.	Parameter
1	pH-Wert
3	Elektrische Leitfähigkeit
5	Aluminium
7	Arsen
8	Barium
12	Blei
17	Bor
18	Cadmium
22	Calcium
24	Chlor
25	Chlorid
26	Chrom
27	Cobalt
29	Eisen
30	Fluor
31	Fluorid
35	Kalium
37	Kohlenstoff
38	Kohlenstoff Organisch / TOC
39	Carbonat-Kohlenstoff
40	Kupfer
42	Magnesium
43	Mangan
44	Molybdän
45	Natrium
46	Nickel
48	Phosphor

Code-Nr.	Parameter
49	Phosphat-Phosphor
50	Orthophosphat-Phosphor
52	Quecksilber
55	Schwefel
56	Sulfat-Schwefel
59	Silizium
60	Silikat-Silizium
61	Stickstoff
62	Stickstoff Organisch
63	Ammonium-Stickstoff
64	Nitrat-Stickstoff
65	Strontium
72	Titan
75	Wasserstoff
78	Zink

b) Physikalische Parameter

Code-Nr.	Parameter
81	Sand
82	Grobsand
83	Mittelsand
84	Feinsand
85	Feinstsand
86	Schluff
87	Grobschluff
88	Mittelschluff
89	Feinschluff
90	Ton
91	Grobton
92	Mittelton
93	Feinton
94	Grobbodenanteil/Skelettanteil (GBA)
270	Grobbodenvorrat (GBV)
271	Feinbodenanteil (FBA)
272	Feinbodenvorrat (FBV)
273	Humusvorrat (HV)
274	Vorrat des organischen Rückstands (ORV)
97	Trockenrohdichte (Rohdichte, trocken)
98	Trockenrohdichte Feinboden (Rohdichte, trocken)
99	Festsubstanzdichte / Steindichte
103	Wassergehalt (massenbezogen)
104	Wassergehalt (volumenbezogen)
118	1000-Nadelgewicht
119	100-Blattgewicht

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Probenvorbehandlungsmethoden	BZE

1. Aufbau des Codes für die Probenvorbehandlung (Sequenz B1, B2, B4)

Der Code für die Probenvorbehandlung umfasst 10 Felder, mit denen für Boden-, Humus- und Pflanzenproben die Lagerung (1. Feld), die Trocknung (2. Feld), die Vorzerkleinerung (3. und 4. Feld), die Siebung (5. und 6. Feld) und die Mahlung (7. und 8. Feld) sowie für Wasserproben die Lagerung (1. Feld) und die Filtration (9. und 10. Feld) codiert werden können. Bei Boden-, Humus- und Pflanzenproben werden die Felder 9 und 10 nicht verwendet; deshalb muss hier „- 3" eingegeben werden. Bei Wasserproben trifft dies für die Felder 2 bis 8 zu.

Codierung einer Boden- oder Humusprobe:

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-10
B1	Lage-rungs-temp.	Trock-nungs-temp.	Vor-zerklei-nerung	Vor-zerklei-nerung	Sie-bung	Siebung	Mah-lung	Mah-lung	Fil-tration	Fil-tration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschen-weite mm	Gerät	Material	Gerät	Poren-größe µm
Codie-rung	Siehe Tab. a	Siehe Tab. b	Siehe Tab. c	Siehe Tab. c	Siehe Tab. d	Siehe Tab. d	Siehe Tab. e	Siehe Tab. e	- 3	- 3

Codierung einer Pflanzenprobe:

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-10
B2	Lage-rungs-temp.	Trock-nungs-temp.	Vor-zerklei-nerung	Vor-zerklei-nerung	Sie-bung	Siebung	Mah-lung	Mah-lung	Fil-tration	Fil-tration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschen-weite mm	Gerät	Material	Gerät	Poren-größe µm
Codie-rung	Siehe Tab. a	Siehe Tab. b	Siehe Tab. c	Siehe Tab. c	Siehe Tab. d	Siehe Tab. d	Siehe Tab. e	Siehe Tab. e	- 3	- 3

Codierung einer Wasserprobe:

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-10
B4	Lage-rungs-temp.	Trock-nungs-temp.	Vor-zerklei-nerung	Vor-zerklei-nerung	Sie-bung	Siebung	Mah-lung	Mah-lung	Fil-tration	Fil-tration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschen-weite mm	Gerät	Material	Gerät	Poren-größe µm
Codie-rung	Siehe Tab. a	- 3	- 3	- 3	- 3	- 3	- 3	- 3	Siehe Tab. f	Siehe Tab. f

2. Codierungstabellen für die Probenvorbehandlungsschritte

a. Codierung der Lagerungstemperatur (Lagerung vor der Probenvorbehandlung)

Feld	B-01
	Lagerungstemp.
Code-Nr.	°C
1	15 bis 25 °C
2	+ 4 bis + 6 °C
3	- 10 °C
4	- 18 °C
5	unter - 60 °C

b. Codierung der Trocknungstemperatur

Feld	B-02
	Trocknungstemp.
Code-Nr.	°C
1	Raumtemp.
2	40 °C
3	60 °C
4	105 °C
5	Gefriertrocknung
6	80 °C

c. Codierung der Vorzerkleinerung (Zerkleinerung vor der Siebung)

Feld	B-03	B-04
	Vorzerkleinerung	Vorzerkleinerung
Code-Nr.	Gerät	Material
1	Schneidmühle	Edelstahl
2	Backenbrecher	Wolframcarbid
3	Handzerkleinerung ohne Werkzeug	Zirkonoxid
4	Handzerkleinerung mit Werkzeug	Achat
5	Handzerkleinerung mit Mörser	Porzellan
6		Titan

d. Codierung der Siebung

Feld	B-05	B-06
	Siebung	Siebung
Code-Nr.	Gerät	Maschen-weite mm
1	Drahtgewebe DIN ISO 3310/1, Messing	5
2	Drahtgewebe DIN ISO 3310/1,rostfr.Stahl	2
3	Trapezlochung, Deglomerator DIN 19683, rostfr. Stahl	1
4	Trapezlochung, SM-freie Sonderbeschichtung	0,63
5	Rundlochung, SM-freie Sonderbeschichtung	0,2
6	Kunststoffsieb	0,1

e. Codierung der Mahlung

Feld	B-07	B-08
	Mahlung	**Mahlung**
Code-Nr.	**Gerät**	**Material**
1	Schlagmühle	Edelstahl
2	Mörsermühle	Zirkonoxid
3	Kugelmühle	Achat
4	Schwingmühle	Korund
5	Zentrifugalmühle	Wolframcarbid
6	Handmörser	Titan
7		Porzellan
8		Teflon

f. Codierung der Filtration

Feld	B-09	B-10
	Filtration	**Filtration**
Code-Nr.	**Gerät**	**Porengröße µm**
1	Papierfilter	12-25
2	Membranfilter	4-12
3	Glasfaserfilter	<2
4	Gazefilter	1-3
5		0,45
6		0,2

3. Beispiele für Codierungen:

a. Bodenprobe, im Kühlraum bei 4°C gelagert, bei 40 °C getrocknet, mit Bodenmühle mit Trapezlochsieb, 2 mm gesiebt, mit Kugelmühle in Achatbechern gemahlen

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-10
Code	**2**	**2**	**- 1**	**- 1**	**3**	**2**	**3**	**3**	**- 3**	**- 3**

Code der Bodenprobe in Sequenz B:
B;2;2;-1;-1;3;2;3;3;-3;-3

b. Wasserprobe, eingefroren gelagert, nach dem Auftauen membranfiltriert mit 0,45 µm

Feld	B-01	B-02	B-03	B-04	B-05	B-06	B-07	B-08	B-09	B-10
Code	**3**	**- 3**	**- 3**	**- 3**	**- 3**	**- 3**	**- 3**	**- 3**	**2**	**5**

Code der Wasserprobe in Sequenz B:
B;3;-3;-3;-3;-3;-3;-3;-3;2;5

Wasser Boden Humus Pflanze	Codierung der Untersuchungsverfahren	BZE

Der Code für die Untersuchungsverfahren umfasst 4 Felder. Die Codierungen für chemische (Sequenz C1), bodenphysikalische (Sequenz C3) oder pflanzenphysikalische (Sequenz C4) Untersuchungsverfahren unterscheiden sich jedoch. Deshalb sind in den nachfolgenden 3 Kapiteln E3.1 bis E3.3 die Codierungsverfahren getrennt aufgelistet.

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der chemischen Untersuchungsverfahren	BZE

1. Aufbau des Codes für chemische Untersuchungsverfahren (Sequenz C1)

Der Code für das Untersuchungsverfahren umfasst 4 Felder.
Das erste Feld wird verwendet, wenn ein im HFA veröffentlichtes Untersuchungsverfahren angewandt wurde. In die Felder 2-4 ist dann „- 3“ einzutragen.
Wird ein nicht im HFA veröffentlichtes Verfahren verwendet, so muss im Feld 1 der Code für die allgemeine Methodengruppe eingegeben werden und in die Felder 2 bis 4 die Codes für die Verfahrensdetails. Dabei dient das 2. Feld der Codierung des Probenbehandlungsmediums, das 3. Feld der Codierung des Verfahrens oder des verwendeten Gerätes und das 4. Feld der Codierung der Endbehandlung.
Falls kein Aufschluss, Extrakt oder irgendein anderes Untersuchungsverfahren angewandt wurde, sondern an der Probe nach der Probenvorbehandlung direkt eine Elementbestimmung durchgeführt wurde (z.B. C-Bestimmung mit Elementaranalysator), so sind in alle Code-Felder „- 1“ einzutragen.

Codierung des chemischen Untersuchungsverfahrens:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C1	HFA-Methode oder allg. Methoden-gruppe	Proben-behandlungs-Medium	Methode/Gerät	Endbehandlung

Codierung bei Verwendung einer HFA-Methode:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C1	HFA-Methode	Proben-behandlungs-Medium	Methode/Gerät	Endbehandlung
	Siehe Tabelle a.1	- 3	- 3	- 3

Codierung bei Verwendung eines anderen Untersuchungsverfahrens:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C1	allg. Methoden-Codierung	Proben-behandlungs-Medium	Methode/Gerät	Endbehandlung
	Siehe Tabelle a.2	Siehe Tabelle b	Siehe Tabelle c	Siehe Tabelle d

Codierung bei direkter Elementbestimmung:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C1	HFA-Methode oder allg. Methoden-Codierung	Proben-behandlungs-Medium	Methode/Gerät	Endbehandlung
	- 1	- 1	- 1	- 1

2. Codierungstabellen für die Untersuchungsverfahren

a1. Codierung der HFA-Methoden:

Feld	C-01
Code	**HFA-Methode**
1	A3.1.1.1
2	A3.1.1.2
3	A3.1.1.3
4	A3.1.1.4
5	A3.1.1.5
6	A3.1.1.6
7	A3.1.1.7
11	A3.2.1.1
12	A3.2.1.2
13	A3.2.1.3
14	A3.2.1.4
15	A3.2.1.5
16	A3.2.1.6
17	A3.2.1.7
18	A3.2.1.8
19	A3.2.1.9
20	A3.2.1.10
30	A3.2.2.1
31	A3.2.2.2
32	A3.2.2.3
40	A3.2.3.1
41	A3.2.3.2
42	A3.2.3.3
43	A3.2.3.4
44	A3.2.3.5
50	A3.3.1
51	A3.3.2
52	A3.3.3
53	A3.3.4
54	A3.3.5
55	A3.3.6
60	A3.4.1
70	B3.2.1
71	B3.2.2
72	B3.2.3
80	C2.1.1
81	C2.1.2
82	C2.1.3

a.2 Codierung der allgemeinen Methodengruppe bei Nichtverwendung eines HFA-Verfahrens

Feld	C-01
Code	**Allgemeine Methodengruppe**
300	Bodenaziditätsbestimmung
301	Austauschkapazitätsbestimmung
302	Wässriger Extrakt
303	Salzextrakt
304	Aufschlussverfahren
305	Alkalinitätsbestimmung
306	Summenparameter

b. Codierung der Probenbehandlungsmedien:

Feld	C-02
Code	**Probenbehandlungs-Medium**
1	$BaCl_2$
2	$BaCl_2$-TEA
3	$CaCl_2$
4	CO_2
5	EDTA
6	H_2SO_4/Cu
7	H_2SO_4/H2O2
8	H_2SO_4/Hg
9	$H_2SO_4/K_2Cr_2O_7$
10	H_2SO_4/Se
11	H_2SO_4/Ti-Cu
12	$HClO_4/H_2O_2$
13	$HClO_4/H_2SO_4$
14	HNO_3
15	HNO_3/H_2O_2
16	HNO_3/H_2O_2/HCl
17	HNO_3/H_2O_2/HF
18	HNO_3/H_2SO_4
19	HNO_3/HCl
20	$HNO_3/HClO_4$
21	$HNO_3/HClO_4/CaCl_2$
22	$HNO_3/HClO_4/H_2O_2$
23	$HNO_3/HClO_4/H_2SO_4$
24	$HNO_3/HClO_4$/HCl
25	$HNO_3/HClO_4$/HF
26	HNO_3/HF
27	K_2SO_4
28	KCl
29	$KHSO_4$
30	Luft
31	Na-Dithionit
32	Na-Pyrophosphat
33	NH_4-Acetat
34	NH_4Cl
35	NH_4NO_3
36	NH_4-Oxalat
37	Oxalsäure
38	Sauerstoff
39	$SrCl_2$
40	Wasser
41	Citronensäure
42	CsCl
43	$BaCl_2/MgCl_{2;}$ sequenziell
44	$BaCl_2$/HCl; sequenziell
45	KOH
46	Na_2CO_3
47	$LiBO_2$

c. Codierung der Methode oder des Geräts:

Feld	C-03
Code	**Methode/Gerät**
1	Calorimetrische Bombe
2	Druckbombe
3	Hochdruckpresse
4	Kjeldahl-Aufschluss/Kejldahlkolben
5	Mikrowellengerät (offen)
6	Mikrowellengerät (Druck)
7	Muffelofen-Veraschung
8	Offener Aufschluss
9	Offener Aufschluss mit Rückfluss
10	Perkolation
11	Rückflussdestillation
12	Schmelzaufschluss
13	Schöniger-Veraschung
14	Schüttler (horizontal)
15	Schüttler (über Kopf)
16	Sequenzielle Extraktion
17	Soxhlet-Extraktor
18	Superkritische Extraktion
19	Trockenschrank
20	Ultraschall
21	Wickbold-Aufschluss
22	UV-Aufschluss
23	Unterdruck-Filtration
24	Druckfiltration

d. Codierung der Endbehandlung:

Feld	C-04
Code	**Endbehandlung**
1	Filtration durch Membranfilter
2	Filtration durch Papierfilter
3	Zentrifugation
4	Abrauchen, Aufnahme mit HCl
5	Abrauchen, Aufnahme mit HNO_3
6	Auflösen in H_2O

3. Beispiele für Codierungen:

a. An einer Bodenprobe wurde die Ake-Bestimmung mit Ammoniumchlorid-Perkolation nach BZE-Vorschrift, HFA A3.2.1.1 durchgeführt

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	**11**	**- 3**	**- 3**	**- 3**

Code der Probe in Sequenz C:
C;11;-3;-3;-3

b. Eine Bodenprobe wurde mit $HNO_3/HF/HClO_4$ im Druckaufschlussgefäß aufgeschlossen und anschließend abgeraucht und mit HNO_3 aufgenommen

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	**304**	**25**	**2**	**5**

Code der Probe in Sequenz C:
C;304;25;2;5

c. Eine Bodenprobe wurde direkt mit einem Elementaranalysator auf ihren N-Gehalt untersucht

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	**- 1**	**- 1**	**- 1**	**- 1**

Code der Probe in Sequenz C:
C;k-1;-1;-1;-1

Boden	Codierung der bodenphysikalischen Verfahren	BZE

1. Aufbau des Codes für die bodenphysikalischen Verfahren (Sequenz C3)

Der Code für die bodenphysikalischen Verfahren umfasst 4 Felder. Mit dem 1. Feld werden die im HFA in Kapitel A 2 veröffentlichten Verfahren codiert. Bei Verwendung eines anderen Verfahrens muss hier „-2“ eingetragen werden. Das 2. Feld wird für die Codierung anderer bodenphysikalischer Verfahren oder die Differenzierung der HFA-Verfahren benutzt. Das 3. Feld dient der Codierung parameter-spezifischer Zusatzinformationen. Das 4. Feld wird nicht verwendet und auf „- 3“ gesetzt.
Hinweis: bei bodenphysikalischen Methoden erfolgt die Codierung der Probenvorbereitung wie in Abschnitt E2 beschrieben. Die Codierung des Bestimmungsverfahrens entfällt; es wird sechsmal „- 3“ eingetragen.

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C3	HFA-Methode	andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode	Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)	Ohne Verwendung

Codierung bei Verwendung einer HFA-Methode:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C3	HFA-Methode	andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode	Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)	Ohne Verwendung
	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 3 a-w (Parameter-spezifisch) oder - 3	Siehe Tabelle 3 a-w (Parameter-spezifisch) oder - 3	- 3

Codierung bei Verwendung einer anderen bodenphysikalischen Methode:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C3	HFA-Methode	andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode	Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)	Ohne Verwendung
	- 2	Siehe Tabelle 3 a-w (Parameter-spezifisch)	Siehe Tabelle 3 a-w (Parameter-spezifisch) oder - 3	- 3

2. Codierungstabellen für die bodenphysikalischen Methoden

a. Codierung der HFA-Methoden:

Feld	C-01
Code	**HFA-Methode**
111	A2.1
112	A2.2
113	A2.3
114	A2.4
115	A2.5
116	A2.6
117	A2.7
118	A2.8
119	*A2.9*
120	A2.10
121	A2.11
122	A2.12
-2	andere

3. Codierung anderer bodenphysikalischer Methoden bzw. Differenzierung der HFA-Methoden (Feld C-02) (parameter-spezifisch!):

a. Parameter **Wassergehalt** (WGH):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
90	Schätzung

b. Parameter **Trockenrohdichte gesamt** (TRD_{ges}):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
90	Schätzung

c. Parameter **Trockenrohdichte des Feinbodens** (TRD_{FB}):

Feld	C-02
Code	**Spezifizierung HFA-Methoden / andere Beprobungsmethoden**
0	A2.8/A2.12 Fall 1 (Stechzylinder, kein Grobboden)
1	A2.8/A2.12 Fall 2 (Stechzylinder, Grobboden < 20mm, abgesiebt)
2	A2.8/A2.12 Fall 3 (Stechzylinder, Grobboden abgesiebt, Schätzung > 20 mm am Profil)
3	A2.8/A2.12 Fall 4 (Stechzylinder, Grobboden abgesiebt, Schippenprobe für Skelettanteil, Schätzung > 63 mm am Profil)
4	A2.8/A2.12 Fall 5 (Stechkappen, Schippenprobe für Skelettanteil, Schätzung > 63 mm am Profil)
5	Beprobung mit Rammkernsonde, Grobboden abgesiebt, mit Stauchungskorr.
6	Beprobung mit Rammkernsonde, Grobboden abgesiebt, ohne Stauchungskorr.
7	Beprobung mit Murach-Wurzelbohrer oder ähnl., Grobboden abgesiebt, mit Stauchungs-

	korr.
8	Beprobung mit Murach-Wurzelbohrer oder ähnl., Grobboden abgesiebt, ohne Stauchungs-korr.
9	Beprobung mit AMS Core-Sampler mit Liner, Grobboden abgesiebt
10	Beprobung mit Volumenersatzmethode, Grobboden abgesiebt
11	Beprobung mit Stechzylinder, Grobboden abgesiebt
12	Beprobung mit Nmin-Bohrer,Grobboden abgesiebt
13	Beprobung mit Densitometer nach Haas
14	Beprobung mit Mini-Stechzylindern, Grobboden abgesiebt
15	Beprobung mit Mini-Stechzylindern, kein Grobboden abgesiebt
16	Beprobung mit Stechkappen, Grobbboden abgesiebt
17	Beprobung mit Stechkappen, kein Grobbboden abgesiebt
18	Berechnung aus TRD gesamt und Grobbodenanteil
90	Schätzung

Feld	**C-03**
Code	**Verrechnungen**
0	keine Verrechnungen
1	Umrechnung von Horizont in Tiefenstufe
2	Umrechnung von Tiefenstufe in Horizont

d. Parameter **Feinbodenanteil** (FBA):
Codierung wie c.

e. Parameter **Feinbodenvorrat** (FBV):
Codierung wie c.

f. Parameter **Grobbodenanteil** (GBA):

Feld	**C-02**
Code	**Spezifizierung HFA-Methoden / andere Beprobungsmethoden**
0	kein Grobboden vorhanden
1	A2.8/A2.12 Fall 1 (Stechzylinder, kein Grobboden)
2	A2.8/A2.12 Fall 2 (Stechzylinder, Grobboden < 20mm, abgesiebt)
3	A2.8/A2.12 Fall 3 (Stechzylinder, Grobboden abgesiebt, Schätzung > 20 mm am Profil)
4	A2.8/A2.12 Fall 4 (Stechzylinder, Grobboden abgesiebt, Schippenprobe für Skelettanteil, Schätzung > 63 mm am Profil)
5	A2.8/A2.12 Fall 5 (Stechkappen, Schippenprobe für Skelettanteil, Schätzung > 63 mm am Profil)
6	Beprobung mit Rammkernsonde, Grobboden abgesiebt, mit Stauchungskorrektur
7	Beprobung mit Rammkernsonde, Grobboden abgesiebt, ohne Stauchungskorrektur
8	Beprobung mit Murach-Wurzelbohrer oder ähnl., Grobboden abgesiebt, mit Stauchungs-korrektur
9	Beprobung mit Murach-Wurzelbohrer oder ähnl., Grobboden abgesiebt, ohne Stauchungs-korrektur
10	Beprobung mit AMS Core-Sampler mit Liner, Grobboden abgesiebt
11	Beprobung mit Volumenersatzmethode, Grobboden abgesiebt
12	Beprobung mit Stechzylinder, Grobboden abgesiebt
13	Beprobung mit Nmin-Bohrer, Grobboden abgesiebt

14	Beprobung mit Densitometer nach Haas
15	Schätzung an der Profilwand (Umrechung von Fläche auf Volumen)
90	Schätzung (auf der Basis anderer Informationen)

Feld	**C-03**
Code	**zusätzl. Information zur Grobbodenbestimmung**
0	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=63 mm am Profil, tiefenstufenbezogen
1	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=63 mm am Profil, horizontbezogen
2	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=20 mm am Profil, tiefenstufenbezogen
3	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=20 mm am Profil, horizontbezogen
4	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=2mm am Profil, tiefenstufenbezogen
5	Schätzung Grobbodenanteil (Vol %) >=2mm am Profil, horizontbezogen
6	zusätzliche Schippenprobe

Feld	**C-04**
Code	**Verrechnungen**
0	keine Verrechnungen
1	Umrechnung von Horizont in Tiefenstufe
2	Umrechnung von Tiefenstufe in Horizont

g. Parameter **Grobbodenvorrat** (GBV):
Codierung wie f.

h. Parameter Grobbodendichte (GBD):

Feld	**C-02**
Code	**andere Methoden**
0	Standardwert
1	Tauchwägung
2	Helium-Pyknometer
3	stratifizierter Mittelwert

Feld	**C-03**
Code	**zusätzl. Information zur Grobbodenherkunft**
0	Skelett >=2 mm aus Tiefenstufe
1	Skelett >=2 mm aus Horizont
2	Skelett >=2 mm aus Profil
3	Skelett >=2 mm aus Region

i. Parameter **Humusvorrat** (HV_{ges}):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
90	Schätzung

j. Parameter **Vorrat an organischem Rückstand** (ORV):
Codierung wie i.

k. Parameter **Ton**:

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
1	Fingerprobe
90	Schätzung

Feld	C-03
Code	**Spezifizierung der Methode**
0	ohne Carbonat- oder Humus-Zerstörung
1	mit Carbonatzerstörung
2	mit Humuszerstörung
3	mit Carbonat- und Humus-Zerstörung
90	Andere Abweichung

l. Parameter **Schluff**:
Codierung wie k.

m. Parameter **Sand**:
Codierung wie k.

n. Parameter **Feinton**:
Codierung wie k.

o. Parameter **Mittelton**:
Codierung wie k.

p. Parameter **Grobton**:
Codierung wie k.

q. Parameter **Feinschluff**:
Codierung wie k.

r. Parameter **Mittelschluff**:
Codierung wie k.

s. Parameter **Grobschluff**:
Codierung wie k.

t. Parameter **Feinsand**:
Codierung wie k.

u. Parameter **Mittelsand**:
Codierung wie k.

v. Parameter **Grobsand**:
Codierung wie .

4. Beispiele für Codierungen:

a. An einer Bodenprobe wurde der Tongehalt nach BZE-Vorschrift HFA A2.5 ohne Carbonat-Zerstörung durchgeführt

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	115	- 3	0	- 3

Code der Probe in Sequenz C:
C;115;-3;0;-3

b. An einem Standort wurde die Trockenrohdichte des Feinbodens durch die Volumenersatzmethode bestimmt

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	-2	5	0	-3

Code der Probe in Sequenz C:
C;-2;5;0;-3

Boden	Codierung der pflanzenphysikalischen Methoden	BZE

1. Aufbau des Codes für die pflanzenphysikalischen Methoden (Sequenz C4)

Der Code für die pflanzenphysikalischen Verfahren umfasst 4 Felder. Mit dem ersten Feld werden die im HFA in Kapitel B 2 veröffentlichten Verfahren codiert. Bei Verwendung eines anderen Verfahrens muss hier „-2“ eingetragen werden. Das 2. Feld wird für die Codierung anderer pflanzenphysikalischer Verfahren oder die Differenzierung der HFA-Verfahren benutzt. Das 3. Feld dient der Codierung parameter-spezifischer Zusatzinformationen. Das 4. Feld wird nicht verwendet und daher „- 3“ eingetragen.

Hinweis: bei pflanzenphysikalischen Methoden erfolgt die Codierung der Probenvorbereitung wie in Abschnitt E1 beschrieben. Die Codierung des Bestimmungsverfahrens entfällt; es wird sechsmal „- 3“ eingetragen.

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C4	**HFA-Methode**	**andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode**	**Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)**	**Ohne Verwendung**

Codierung bei Verwendung einer HFA-Methode:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C4	**HFA-Methode**	**andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode**	**Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)**	**Ohne Verwendung**
	Siehe Tabelle 2a	**Siehe Tabelle 3 a-c (Parameter-spezifisch)**	**Siehe Tabelle 3 a-c (Parameter-spezifisch) oder - 3**	**- 3**

Codierung bei Verwendung einer anderen pflanzenphysikalischen Methode:

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
C4	**HFA-Methode**	**andere Methode oder Spezifizierung HFA-Methode**	**Zusatzinfos (Parameter-spezifisch)**	**Ohne Verwendung**
	- 2	**Siehe Tabelle 3 a-c (Parameter-spezifisch)**	**Siehe Tabelle 3 a-c (Parameter-spezifisch) oder - 3**	**- 3**

2. Codierungstabellen für die pflanzenphysikalischen Methoden

a. Codierung der HFA-Methoden (Feld C-01):

Feld	C-01
Code	**HFA-Methode**
211	B2.1
212	B2.2
213	B2.3
214	

3. Codierung anderer pflanzenphysikalischer Methoden bzw. Differenzierung der HFA-Methoden (Feld C-02) (parameter-spezifisch!):

a. Parameter **Wassergehalt** (WGH):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
90	Schätzung

b. Parameter **1000-Nadelgewicht** (NGW):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
1	Wie HFA-Methode, jedoch andere Nadelzahl
2	

Feld	C-03
Code	**Spezifizierung der Methode**
1	3 x 50 Nadeln
2	1 x 100 Nadeln
3	2 x 100 Nadeln
4	

c. Parameter **100-Blattgewicht** (BGW):

Feld	C-02
Code	**Andere Methoden/ Spezifizierung HFA-Methoden**
1	Wie HFA-Methode, jedoch andere Blattzahl
2	

Feld	C-03
Code	**Spezifizierung der Methode**
1	1 x 30 Blätter
2	1 x 50 Blätter
3	1 x 100 Blätter
4	2 x 100 Blätter
5	

4. Beispiele für Codierungen:

a. Bei einer Pflanzenprobe wurde das 1000-Nadelgewicht nach HFA-Methode B2.2 durch das Zählen von 2x100 Nadeln bestimmt.

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	**212**	**1**	**3**	**- 3**

Code der Probe in Sequenz C:
C;212;1;3;-3

b. Bei einer Pflanzenprobe wurde das 100-Blattgewicht durch Zählen von 150 Blättern bestimmt.

Feld	C-01	C-02	C-03	C-04
Code	**-2**	**-3**	**-2**	**-3**

Code der Probe in Sequenz C:
C;-2;-3;-2;-3

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Bestimmungsverfahren	BZE

1. Aufbau des Codes für die Bestimmungsverfahren (Sequenz D)

Der Code für die Bestimmungsverfahren umfasst 6 Felder. Das erste Feld wird verwendet, um das verwendete Bestimmungsverfahren mit einem Code zu verschlüsseln. Die weiteren 5 Felder sind spezifische Codes für das jeweilige Bestimmungsverfahren, mit denen Einzelheiten der jeweiligen Verfahrensanwendung beschrieben werden. Davon können das 5. und 6. Feld zusätzlich element-spezifisch codiert sein.

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	Mess-verfahren	Kriterium 1 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 2 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 3 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 4 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 5 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)
					ev. zusätzlich element-spezifisch	ev. zusätzlich element-spezifisch

Für die in Feld 2-6 codierten verfahrensspezifischen Kriterien werden für folgende Eintragungen negative Zahlen als Code verwendet:

Beschreibung	Code
nicht durchgeführt; nicht verwendet; keine	**- 1**
andere; sonstige	**- 2**
keine Angabe erforderlich	**- 3**
unbekannt	**- 9**

2. <u>Codierungstabelle für die Bestimmungsverfahren (Feld D-01)</u>

Feld	**D-01**
Code	**Bestimmungsverfahren**
1	AAS-Flamme
2	AAS-Graphitrohr
3	AAS-Hydrid/Kaltdampf
4	ICP-AES
5	ICP-MS
6	RFA
7	IC
8	Elementaranalyse
9	Spektrophotometrie
10	Acidimetrie/Alkalimetrie
11	pH-Messung
12	Elektrische Leitfähigkeit
13	AES-Flamme
14	Gas-Volumetrie
15	*HPLC*
16	*TLC*
17	*GC*
18	*Coulometrie*
19	*Gravimetrie*
20	*Atomfluoreszenzspektrometrie*
21	*Radiometrie*
22	Potentiometrie
23	*Voltametrie*
24	*Invers-Voltametrie*
25	*Physikalische Techniken*
26	*Summenparameter*

<u>Bei den kursiv gesetzten Bestimmungsverfahren liegen noch keine spezifischen Codierungen für das jeweilige Verfahren vor. Bei Anwendung eines dieser Verfahren wird nur im 1. Feld der Code für das Bestimmungsverfahren und in den folgenden 5 Feldern „-3“ eingetragen!</u>

3. Beispiel für Codierung:

Ein Ca-Messwert wurde mittels ICP-AES ermittelt. Es wurde am ICP mit axialem Plasma und Cross-Flow-Zerstäuber gemessen. Als interner Standard wurde Sc verwendet. Die Wellenlänge war 317.933 nm; eine Interelement-Korrektur fand nicht statt.
(die Codes für Verfahrenskriterien 1-5 für das Verfahren ICP-AES sind dem Kapitel E4.1 zu entnehmen)

Feldname	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
Code	**4**	**2**	**1**	**2**	**- 1**	**1**

Code des Messwertes in Sequenz D:
D;4;2;1;2;-1;1

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren AAS-Flamme	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Flamme

Für das Bestimmungsverfahren AAS-Flamme gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**AAS-Flamme**	**Gase**	**Zerstäuber**	**Untergrund-Korrektur**	**Additiv**	**Wellenlänge**
	1	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**(element-spezifisch)**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren AAS-Flamme

a. Gase

Feld	D-02
Code-Nr.	**Gase**
1	Luft / Acetylen
2	Lachgas / Acetylen

b. Zerstäuber

Feld	D-03
Code-Nr.	**Zerstäuber**
1	ohne Prallkugel
2	mit Prallkugel

c. Untergrundkorrektur

Feld	D-04
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse
4	strukturierter Untergrund

d. Additiv

Feld	D-05
Code-Nr.	**Additiv**
1	Ionisationspuffer (z.B. CsCl)
2	Befreiungsagens (z.B. $LaCl_3$)
3	Ionisationspuffer + Befreiungsagens

e. Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.1.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	**Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Messverfahren AAS-Flamme**	**BZE**

Der Code für die Wellenlänge ist im Feld 6 für das Bestimmungsverfahren AAS-Flamme anzugeben (siehe E4.1)

Element	**Al**	**Ba**	**Pb**	**Cd**	**Ca**	**Cr**	**Co**	**Fe**
Code-Nr.	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**
0	309,3	553,6	283,3	228,8	422,7	357,9	240,7	248,3
1			217,0		553,6		241,2	

Element	**K**	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Na**	**Ni**	**Si**	**Zn**
Code-Nr.	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**
0	766,5	324,7	285,2	279,5	589,0	232,0	251,6	213,9
1	769,9			279,8				
2				280,1				

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren AAS-Graphitrohr	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Graphitrohr

Für das Bestimmungsverfahren AAS-Graphitrohr gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**AAS-Graphitrohr**	**Proben-zufuhr**	**Graphitrohr**	**Untergrund-Korrektur**	**Additiv**	**Wellenlänge**
	2	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**(element-spezifisch)**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren AAS-Graphitrohr

a. Probenzufuhr

Feld	D-02
Code-Nr.	**Probenzufuhr**
1	flüssig
2	fest
3	aufgeschlämmt
4	gas- od. dampfförmig

b. Graphitrohr

Feld	D-03
Code-Nr.	**Graphitrohr**
1	Normalrohr
2	Pyrokohlenstoff-Rohr
3	Plattformrohr normal
4	Pyrokohlenstoff-Plattformrohr

c. Untergrundkorrektur

Feld	D-04
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D_2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse (Smith-Hieftje)

d. Additiv

Feld	D-05
Code-Nr.	**Additiv**
1	Pd-Modifier
2	$Mg(NO_3)_2$-Modifier
3	Pd + $Mg(NO_3)_2$-Modifier
4	Pd + $NH4NO_3$-Modifier
5	Pd + Ni-Nitrat-Modifier
6	$NH_4H_2PO_4$-/$(NH_4)_2HPO_4$-Modifier
7	$Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$-Modifier
8	Coating elementspezifisch

e. Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.2.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	**Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Bestimmungsverfahren AAS-Graphitrohr**	**BZE**

Der Code für die Wellenlänge ist im Feld 6 für das Bestimmungsverfahren AAS-Graphitrohr anzugeben (siehe E4.2)

Element	**As**	**Pb**	**Cd**	**Cr**	**Co**	**Cu**	**Mo**	**Ni**
Code-Nr.	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**
0	193,7	283,3	228,8	357,9	240,7	324,7	313,3	232,0
1	197,2	217,0			241,2			
2								

Element	**Zn**
Code-Nr.	**Wellen-länge**
0	213,9
1	
2	

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Hydrid/Kaltdampf

Für das Bestimmungsverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**AAS-Hydrid/ Kaltdampf**	**Proben-zufuhr**	**Reduktions-mittel**	**Untergrund-Korrektur**	**Anreiche-rung**	**Wellenlänge**
	3	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**(element-spezifisch)**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf

a. Probenzufuhr

Feld	D-02
Code-Nr.	**Probenzufuhr**
1	FI-System
2	CF-System
3	Batch-System
4	thermokatalytisch

b. Reduktionsmittel

Feld	D-03
Code-Nr.	**Reduktionsmittel**
1	Natriumborhydrid
2	Zinn-(II)-chlorid
3	nascierender Wasserstoff
4	elektrochemisch

c. Untergrundkorrektur

Feld	D-04
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse (Smith-Hieftje)

d. Anreicherung

Feld	D-05
Code-Nr.	**Anreicherung**
1	über Amalgam

e. Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.3.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Bestimmungsverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf	BZE

Der Code für die Wellenlänge ist im Feld 6 für das Bestimmungsverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf anzugeben (siehe E4.3)

Element	**As**	**Hg**
Code-Nr.	**Wellen-länge**	**Wellen-länge**
0	193,7	253,7
1	197,2	
2	189,0	

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren ICP-AES	BZE

1. Aufbau des Codes für ICP-AES

Für das Bestimmungsverfahren ICP-AES gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	ICP-AES	Plasma	Zerstäuber	Interner Standard	Interelement-korrektur	Wellenlänge
	4	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	element-spezifisch)	(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren ICP-AES

a. Plasma

Feld	D-02
Code-Nr.	Plasma
1	radial
2	axial

b. Zerstäuber

Feld	D-03
Code-Nr.	Zerstäuber
1	Cross flow Zerstäuber
2	Meinhard Zerstäuber
3	Ultraschallzerstäuber
4	V-Spalt-Zerstäuber (Babington)
5	Cone-Spray-Zersäuber
6	Parallelpfad-Zerstäuber (MiraMist)

c. interner Standard

Feld	D-04
Code-Nr.	interner Standard (Element)
1	Y
2	Sc
3	La
4	Yb
5	Rb
6	Pd

d. Interelementkorrektur

Feld	D-05
Code-Nr.	**Interelement-Korrektur**
	Element-spezifisch! (siehe Kapitel E4.4.1)

e. Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.4.2)

Boden Humus Pflanze Wasser	**Element-spezifische Codierung der Interelementkorrektur für das Bestimmungsverfahren ICP-AES**	**BZE**

Der Code für die Interelementkorrektur ist im Feld 5 für das Bestimmungsverfahren ICP-AES anzugeben (siehe E4.4)

Element	**Al**	**As**	**Ba**	**Pb**	**B**	**Cd**	**Ca**	**Cr**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1	Mn	Fe	Fe	Al	Fe	Fe	Fe	Fe
2	Fe	Al	V	Co	Cr	As	Co	Mo
3	Mo	Mo	Fe, V	Fe	Al	Co	V	Mn
4	Cu	Cr		Ti	Mo	Ni	Ti	V
5	V	Fe, Al		Al, Fe	Fe, Cr	As, Co	Fe, V	Fe, Mo
6	Mn, Fe	Al, Mo		Al, Ti	Al, Mo	As, Ni		Mn, V
7	Mo, Cu	Al, Cr, Mo		Al, Fe, Ti		As, Co, Ni		Co, Ni

Element	**Co**	**Fe**	**K**	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1	Ti	Co	Mg	Ti	Fe	Fe	Al	Ar
2	Ni	Mn	Ar	Fe		Mo	Fe	
3	Fe		Mg, Ar	Mn		Cr	Al, Fe	
4	Ba			Mo		Al		
5	Ti, Fe			Ti, Fe		Fe, Mo		
6	Ti, Ba			Mn, Mo		Al, Fe		
7	Fe, Ti, Ba							
8	Ti, Ni							

Element	**Ni**	**P**	**S**	**Si**	**Sr**	**Ti**	**Zn**	**Zr**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1	Co	Cu	Cr		P	Ca	Cr	
2	Fe	Fe	Mo			Cr	Cu	
3	Mn	Mo	Ca			Si	Ni	
4	Fe, Mn	Al	Cr, Mo			Co	Fe	
5		Mg	Sorg/Corg			Fe	Cu, Fe	
6		Fe, Mo				Ca, Si	Cu, Ni, Fe	
7		Al, Mg				Co, Cr	Ti	
8						Ca, Cr, Si	Ti, Fe, Ni	

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Bestimmungsverfahren ICP-AES	BZE

Der Code für die Wellenlänge ist in Feld 6 für das Bestimmungsverfahren ICP-AES anzugeben (siehe E4.4)

Element	Al	As	Ba	Pb	B	Cd	Ca	Cr
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	308,215	193,696	233,527	220,353	249,678	214,438	315,887	205,552
1	396,152	197,197	455,403	283,306	208,959	226,502	317,933	267,716
2	167,081	189,042	493,409		249,773	228,802	393,366	283,563
3	226,910	193,759	313,042				318,128	284,325
4	237,312		234,861				370,603	
5	257,510		313,107				396,847	
6	266,039		230,425				422,673	
7	309,271		234,757				430,253	
8	394,401		413,065				616,217	
9	256,798		585,368					

Element	Co	Fe	K	Cu	Mg	Mn	Mo	Na
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	228,616	259,940	766,49	324,754	279,079	257,610	202,030	589,592
1	230,786	238,200	769,90	327,396	279,553	293,306	204,598	588,995
2	267,716	216,677		223,008	285,213	259,373	203,844	330,237
3		234,349				260,569		
4		240,488			277,983	279,482		
5		271,441			280,270	294,928		
6		273,955			383,230	293,930		
7		259,837			257,61			
8		248,815						
9								

Element	Ni	P	S	Si	Sr	Ti	Zn	Zr
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	231,604	178,287	182,036	251,612	407,771	334,941	206,191	343,823
1	227,021	213,618	180,669	212,412	421,552	336,121	213,856	354,262
2	341,476	214,914	180,731	288,158	460,733	337,280	202,505	339,198
3		177,428	181,972		215,284	368,520	334,501	
4		177,440	182,624		346,446	330,188	339,198	
5		185,943				338,376		
6						338,576		
9								

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren ICP-MS	BZE

1. Aufbau des Codes für ICP-MS

Für das Bestimmungsverfahren ICP-MS gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	ICP-MS	Massen-selektierung	Proben-zufuhr	Interner Standard	Interelement-korrektur	Massenzahl
	5	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	element-spezifisch)	(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren ICP-MS

a. Massenselektierung

Feld	D-02
Code-Nr.	Massenselektierung
1	Quadrupol
2	Quadrupol m. Reaktionszelle (DRC)
3	Quadrupol m. Kollisionszelle (CC)
4	Magnetsektorfeld
5	Magnet-/Elektrosektorfeld (Doppelfokus)
6	Time of Flight

b. Probenzufuhr

Feld	D-03
Code-Nr.	Probenzufuhr
1	flüssig
2	flüssig m. Ultraschallzerstäubung
3	gas- od. dampfförmig (z.B. ETV od. LA)

c. interner Standard

Feld	D-04
Code-Nr.	Interner Standard
1	Fremdelement
2	Isotopenmischung

d. Interelementkorrektur

Feld	D-05
Code-Nr.	**Interelementkorrektur**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.5.1)

e. Massenzahl

Feld	D-06
Code-Nr.	**Massenzahl**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.5.2)

Boden Humus Pflanze Wasser	**Element-spezifische Codierung der Interelementkorrektur für das Bestimmungsverfahren ICP-MS**	**BZE**

Der Code für die Interelementkorrektur ist im Feld 5 für das Messverfahren ICP-MS anzugeben (siehe E4.5)

Element	**Al**	**As**	**Ba**	**Pb**	**B**	**Cd**	**Ca**	**Cr**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1		Se77				Sn118		C13
2		Kr82						
3		Se77,Kr82						

Element	**Co**	**Fe**	**K**	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1	Ca43						Ru101	

Element	**Ni**	**P**	**Hg**	**S**	**Si**	**Sr**	**Ti**	**Zn**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**	**Inter-element-korrektur**
1	Ca43							
2	Fe54							
3	Ca43, Fe54							

Element	**Zr**
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**
1	

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Massenzahl für das Bestimmungsverfahren ICP-MS	BZE

Der Code für die Massenzahl ist Feld 6 für das Bestimmungsverfahren ICP-MS anzugeben (siehe E4.5)

Element	**Al**	**As**	**Ba**	**Pb**	**B**	**Cd**	**Ca**	**Cr**
Code-Nr.	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**
0	27	75	138	208	11	111	43	52
1			137	207	10	114	44	53
2				206				
3				208,207				
4				207,206				
5				208, 206				
6				208,207,206				

Element	**Co**	**Fe**	**K**	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Mo**	**Na**
Code-Nr.	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**
0	59	54	39	63	24	55	98	23
1			41	65	25		95	

Element	**Ni**	**P**	**Hg**	**S**	**Si**	**Sr**	**Ti**	**Zn**
Code-Nr.	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**	**Massen-zahl**
0	60	31	200	33	22	88	48	66
1	58		202	34		86	50	64
2							46	68

Element	**Zr**
Code-Nr.	**Massen-zahl**
0	94
1	92
2	90

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren RFA	BZE

1. Aufbau des Codes für RFA

Für das Bestimmungsverfahren RFA gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	RFA	Gerätetyp	Art des Mess-präparats	Kalibrier-proben	Entfällt!	Entfällt!
	6	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	- 3	- 3

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren RFA

a. Gerätetyp

Feld	D-02
Code-Nr.	Gerätetyp
1	wellenlängendispersive RFA
2	energiedispersive RFA
3	Totalreflexions-RFA

b. Art des Messpräparats

Feld	D-03
Code-Nr.	Art des Messpräparats
1	Schmelztablette
2	Pulver-Pressling
3	Pulver-Pressling mit Wachs
4	Schüttung
5	Probenträger mit getrocknetem Aliquot aus Totalaufschluss mit internem Standard
6	Suspension

c. Kalibrierproben

Feld	D-04
Code-Nr.	Kalibrierproben
1	zertifiziertes Referenzmaterial (CRM)
2	nicht zertifizierte Standardproben
3	synthetisch hergestellte Standardproben
4	Vorkalibrierung durch Hersteller; Verwendung von internem Standard

d. entfällt

Feld	D-05
Code-Nr.	**Entfällt !**
	„-3“ eintragen !

e. entfällt

Feld	D-06
Code-Nr.	**Entfällt !**
	„-3“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren IC	BZE

1. Aufbau des Codes für IC

Für das Bestimmungsverfahren Ionenchromatographie gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	IC	Trennungs-prinzip	Detektion	Eluent	Probenvor-behandlung	Kalibration
	7	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	Siehe Tabelle 2d	Siehe Tabelle 2e

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren IC

a. Trennungsprinzip

Feld	D-02
Code-Nr.	**Trennungsprinzip**
1	Ionenaustausch-Chromatographie
2	Ionenausschluss-Chromatographie
3	Ionenpaar-Chromatographie
4	Reverse-Phase-Chromatographie
5	IC mit Vorsäulenderivatisierung

b. Detektion

Feld	D-03
Code-Nr.	**Detektion**
1	direkte UV-Detektion
2	indirekte UV-Detektion
3	Leitfähigkeitsdetektion ohne Suppressor
4	Leitfähigkeitsdetektion mit Suppressor

c. Eluent

Feld	D-04
Code-Nr.	**Eluent**
1	$Na_2CO_3/NaHCO_3$
2	H_2SO_4
3	Phtalsäure-Puffer-System
4	HNO_3
5	KOH
6	NaOH

d. Probenvorbehandlung

Feld	**D-05**
Code-Nr.	**Probenvorbehandlung**
1	Membranfiltration
2	C-18-Adsorber
3	Dialyse

e. Kalibration

Feld	**D-06**
Code-Nr.	**Kalibration**
1	linear
2	nichtlinear
3	Standard-Addition
4	Interner Standard

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren Elementaranalyse	BZE

1. Aufbau des Codes für Elementaranalyse

Für das Bestimmungsverfahren Elementaranalyse gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	Elementar-analyse	Gerätetyp	Detektion	Temperatur-modus	Katalysator	Masse
	8	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	Siehe Tabelle 2d	(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren Elementaranalyse

a. Gerätetyp

Feld	D-02
Code-Nr.	Gerätetyp
1	Feststoffanalysator (Direktmessung)
2	Flüssiganalysator (Direktmessung
3	Feststoffanalysator (Differenzmessung)
4	Flüssiganalysator (Differenzmessung)

b. Detektion

Feld	D-03
Code-Nr.	Detektion
1	IR
2	WLD
3	Chemolumineszenz
4	Atomemission
5	Coulometrische Detektion
6	Colorimetrie
7	Atomfluoreszenz
8	Massenspektrometrie

c. Temperaturmodus

Feld	D-04
Code-Nr.	**Temperaturmodus**
1	dynamisch
2	statisch <100°C
3	statisch < 550°C
4	statisch <1000°C
5	statisch <1400°C
6	Laserverdampfung

d. Katalysator

Feld	D-05
Code-Nr.	**Katalysator**
1	CuO/Cu (DUMAS)
2	Pt
3	Co_2O_3
4	Cr_2O_3
5	WO_3
6	V_2O_5
7	Pt/CuO
8	Cu/WO_3

e. Masse

Feld	D-06
Code-Nr.	**Masse**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.8.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	**Element-spezifische Codierung der Massen für das Messverfahren Elementaranalyse**	**BZE**

Der Code für die Massenzahl ist im Feld 6 für das Bestimmungsverfahren Elementaranalyse anzugeben (siehe E4.8).

Element	**C**	**N**	**S**
Code-Nr.	**Masse**	**Masse**	**Masse**
1	12	14	32
2	13	15	34

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren Spektrophotometrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Spektrophotometrie

Für das Bestimmungsverfahren Spektrophotometrie gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**Spektro-photometrie**	**Verfahren**	**Probenvor-behandlung**	**Kalibrierung**	**Drift-korrektur**	**Nachweis-reaktion**
	9	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**(element-spezifisch)**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren Spektrophotometrie

a. Verfahren

Feld	D-02
Code-Nr.	**Verfahren**
1	Batch
2	CFA
3	FIA

b. Probenvorbehandlung

Feld	D-03
Code-Nr.	**Probenvorbehandlung**
1	Online-Dialyse
2	Online-Gasdiffusion
3	Online-UV-Aufschluss
4	Online-Ionenaustausch
5	Extraktion
6	Online-Dialyse u. Online-UV-Aufschluss
7	Online-Dialyse u. Online-Ionenaustausch
8	Offline-Aufschluss

c. Kalibrierung

Feld	D-04
Code-Nr.	**Kalibrierung**
1	linear
2	invers-linear
3	quadratisch
4	invers-quadratisch
5	kubisch
6	Standard-Addition

d. Driftkorrektur

Feld	D-05
Code-Nr.	**Driftkorrektur**
1	statisch
2	dynamisch

e. Nachweisreaktion/Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Nachweisreaktion/Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E4.9.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Nachweisreaktionen für das Bestimmungsverfahren Spektrophotometrie	BZE

Der Code für die Nachweisreaktion ist im Feld 6 für das Bestimmungsverfahren Spektrophotometrie anzugeben (siehe E4.9)

1. Cl

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Quecksilberthiocyanat / 480 nm

2. P-PO_4

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Molybdänblau / 580 nm
1	Molybdänblau / 700 nm
2	Molybdänblau / 880 nm
3	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 650 nm
4	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 700 nm
5	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 880 nm
6	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure ("P-Blau") / 660 nm
7	Ammoniummolybdat/Ammoniumvanadat ("P-Gelb") / 410 nm
8	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure; gestoppte Reaktion mit Arsenit/Citrat/ 700 nm

3. S-SO_4

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Ba-Methylthymolblau / 460 nm
1	Ba-Methylthymolblau / 620 nm
2	Ba-Methylthymolblau mit Blindkanal Ca-Methylthymolblau / 460 nm
3	Bariumsulfat-Fällung mit Gelantine/Polyvinylakohol

4. Si-SiO_4

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Ammoniummolybdat/Tartrat/Zinnchlorid / 810 nm
1	Ammoniummolybdat/Tartrat/Zinnchlorid / 820 nm
2	Ammoniummolybdat/Oxalat / 330 nm
3	Ammoniummolybdat/Oxalat / 400-420 nm

5. N_{ges}

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 543 nm
1	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 543 nm
2	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 520-560 nm
3	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 520-560 nm
4	Sulfosalycilsäure / 410-420 nm
5	2,6-Dimethylphenol (2,6 Xylenol) / 324 nm

6. $N\text{-}NH_4$

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Indophenolblau / 630 nm
1	Indophenolblau / 650-660 nm
2	Indophenolblau / 692 nm
3	Indikator (Tecator[R] Mix) nach Gasdiffusion in sauer gepufferte Indikator-Lsg. / 590 nm
4	Thymol / 630 nm
5	Thymol / 670 nm
6	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Natriumhypochlorid / 540 nm
7	Monochlor-Isocyanursäure / 540 nm

7. $N\text{-}NO_3$

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 543 nm
1	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 543 nm
2	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 520-560 nm
3	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 520-560 nm
4	Sulfosalycilsäure / 410-420 nm
5	2,6-Dimethylphenol (2,6 Xylenol) / 324 nm
6	Direktmessung nach Red. mit Zn/Cu bei 210 nm
7	Direktmessung nach Red. mit Cd/Cu bei 210 nm

8. $C\text{-}C_{org}$

Feld	D-06
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Oxidation zu CO_2 u. Messung Farbumschlag mit Borsäure/Thymolblau-Na-salz / 440nm

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Acidimetrie/Alkalimetrie

Für das Bestimmungsverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**Acidimetrie/ Alkalimetrie**	**Endpunkts-erkennung**	**Titration**	**End-pH-Wert(e)**	**Titriermittel**	**Elektrode**
	10	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**Siehe Tabelle 2e**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie

a. Trennungsprinzip

Feld	D-02
Code-Nr.	**Endpunktserkennung**
1	optisch (Indikator)
2	definierter Endpunkt
3	zwei Äquivalenzpunkte
4	vier Äquivalenzpunkte

b. Titration

Feld	D-03
Code-Nr.	**Titration**
1	manuell, Zweipunktkalibrierung
2	Titriergerät, Zweipunktkalibrierung, dynamische Titriermittelzugabe
3	Titriergerät, Zweipunktkalibrierung, Titriermittelzugabe in konstanten Schritten
4	Titriergerät, Mehrpunktkalibrierung, dynamische Titriermittelzugabe
5	Titriergerät, Mehrpunktkalibrierung, Titriermittelzugabe in konstanten Schritten

c. End-pH-Wert(e)

Feld	D-04
Code-Nr.	**End-pH-Wert(e)**
1	4,3
2	5,2
3	6
4	7,8
5	8,2
6	4,2 + 4,5
7	Gran-Titration
8	4,5

d. Titriermittel

Feld	D-05
Code-Nr.	**Titriermittel**
1	NaOH 0,02 m
2	NaOH 0,05 m
3	NaOH 0,1 m
4	HCl 0,1 m
5	Elektrochemische Reagenzerzeugung
6	HCl 0,01 m

e. Elektrode

Feld	D-06
Code-Nr.	**Elektrode**
0	Einstabmesskette, Keramikdiaphragma
1	Einstabmesskette, Platindiaphragma
2	Einstabmesskette, Schliffdiaphragma
3	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Keramikdiaphragma
4	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Platindiaphragma
5	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Schliffdiaphragma

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren pH-Messung	BZE

1. Aufbau des Codes für pH-Messung:

Für das Bestimmungsverfahren pH-Messung gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**pH-Messung**	**Elektrode**	**Dia-phragma**	**Temp.-Kompen-sation**	**Eichung**	**Entfällt!**
	11	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**- 3**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren pH-Messung:

a. Elektrode

Feld	D-02
Code-Nr.	**Elektrode**
0	Einstabelektrode Glas, Ag/AgCl
1	Einstabelektrode Glas, $Hg/HgCl_2$
2	Einstabelektrode Glas, Gelelektrode
3	Glaselektrode + Referenzelektrode Ag/AgCl o. Brücke
4	Glaselektrode + Referenzelektrode Ag/AgCl m. Brücke
5	Glaselektrode + Referenzelektrode $Hg/HgCl_2$ o. Brücke
6	Glaselektrode + Referenzelektrode $Hg/HgCl_2$ m. Brücke
7	ISFET-Elektrode

b. Diaphragma

Feld	D-03
Code-Nr.	**Diaphragma**
0	Keramikstift
1	Keramikring
2	lösbarer Schliff
3	Festschliff
4	Platin
5	Faser
6	Rohr
7	Loch (offene Verbindung)

c. Temp.-Kompensation

Feld	**D-04**
Code-Nr.	**Temp. Kompensation**
1	thermostatisiert auf 25 ° C
2	berechnet auf 25 ° C

d. Eichung

Feld	**D-05**
Code-Nr.	**Kalibrierung**
1	1-Punkt
2	2-Punkt sauer
3	2-Punkt alkalisch
4	3-Punkt

e. entfällt

Feld	**D-06**
Code-Nr.	**Entfällt!**
	„-3“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	**Codierung für das Bestimmungsverfahren elektrische Leitfähigkeit**	**BZE**

1. Aufbau des Codes für elektrische Leitfähigkeit:

Für das Bestimmungsverfahren Leitfähigkeit gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**Elektr. Leit-fähigkeit**	**Messver-fahren**	**Zellkon-stante**	**Temp.-Kompen-sation**	**Entfällt!**	**Entfällt!**
	12	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**- 3**	**- 3**

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren elektrische Leitfähigkeit:

a. Messverfahren

Feld	D-02
Code-Nr.	**Messverfahren**
1	diskontinuierlich
2	Durchfluss

b. Zellkonstante

Feld	D-03
Code-Nr.	**Zellkonstante**
1	0 - <0.4 cm^{-1}
2	0.4 - <0.8 cm^{-1}
3	0.8 - <1.5 cm^{-1}
4	1.5 - <2.5 cm^{-1}
5	2.5 - <11 cm^{-1}
6	9 - <11 cm^{-1}
7	11 - >11 cm^{-1}

c. Temp.-Kompensation

Feld	D-04
Code-Nr.	**Temp.-Kompensation**
1	thermostatisiert auf 25°C
2	berechnet auf 25°C

d. entfällt

Feld	D-05
Code-Nr.	**Entfällt!**
	„-3“ eintragen !

e. entfällt

Feld	D-06
Code-Nr.	**Entfällt!**
	„-3“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren AES-Flamme (Flammenfotometrie)	BZE

3. Aufbau des Codes für AES-Flamme

Für das Bestimmungsverfahren AES-Flamme gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	**AES-Flamme**	**Gase**	**Brenner/ Zerstäuber-systeme**	**Optik**	**Interferenz-behebung**	**Wellen-länge**
	13	**Siehe Tabelle 2a**	**Siehe Tabelle 2b**	**Siehe Tabelle 2c**	**Siehe Tabelle 2d**	**(element-spezifisch)**

4. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren AES-Flamme

a. Gase

Feld	D-02
Code-Nr.	**Gase**
0	Luft / Acetylen
1	Luft / Propan
2	Lachgas/ Acetylen

b. Brenner / Zerstäubersysteme

Feld	D-03
Code-Nr.	**Brenner / Zerstäubersysteme**
0	Mischkammerbrenner / pneum. Zerstäuber mit Prallfläche (Flügelrad)
1	Mischkammerbrenner / pneum. Zerstäuber mit Prallkugel
2	Turbulenzbrenner (Direktzerstäuber)

c. Untergrundkorrektur

Feld	D-04
Code-Nr.	**Optik**
0	Filtermonochromator
1	Gittermonochromator

d. Interferenzbehebung

Feld	D-05
Code-Nr.	**Interferenzenbehebung**
1	Ionisationspuffer
2	Befreiungsagenz
3	Ionisationspuffer + Befreiungsagenz

e. Wellenlänge

Feld	D-06
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Elementspezifisch ! (siehe Kapitel E4.13.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Bestimmungsverfahren AES-Flamme	BZE

Der Code für die Wellenlänge ist im 6. Feld für das Bestimmungsverfahren AES-Flamme anzugeben (siehe E4.13)

Element	Ba	Ca	K	Mg	Na	Sr
Code-Nr.						
0	553,6	422,7	766,5	285,2	589,0	460,7

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren Gasvolumetrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Gasvolumetrie:

Wenn das Bestimmungsverfahren Gasvolumetrie ist, so gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	Gas-Volumetrie	Kalibrierung	Korrektur	Säure/ Konzentration	Behandlung	Messverfahren
	14	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	Siehe Tabelle 2d	Siehe Tabelle 2e

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren Gasvolumetrie

a. Kalibrierung

Feld	D-02
Code-Nr.	**Kalibrierung**
1	$CaCO_3$-Standard

b. Korrektur

Feld	D-03
Code-Nr.	**Korrektur**
1	Luftdruck und Temperatur
2	Luftdruck
3	Temperatur

c. Säure/ Konzentration

Feld	D-04
Code-Nr.	**Säure; Konzentration**
1	HCl; 6 %
2	HCl; 10 %
3	HCl; 18 %
4	H_2SO_4; 20 %
5	H_3PO_4; 30 %
6	$HClO_4$; 20 %

d. Behandlung

Feld	D-05
Code-Nr.	**Behandlung**
1	Schütteln / Rühren, bis 30 min
2	Schütteln / Rühren, über 30 min
3	Sieden

e. Messverfahren

Feld	D-06
Code-Nr.	**Behandlung**
0	Volumenmessung
1	Druckmessung

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Bestimmungsverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie	BZE

1. Aufbau des Codes für ionenselektive Direktpotentiometrie:

Für das Bestimmungsverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie gelten folgende Codierungen für die Felder 2-6 des Bestimmungsverfahrens-Codes:

Feld	D-01	D-02	D-03	D-04	D-05	D-06
D	Ionenselektive Direkt-Potentiometrie	Elektrode	Verfahren	Kal.-Verfahren	Temp.-Kompensation	Probenkonditionierung
	22	Siehe Tabelle 2a	Siehe Tabelle 2b	Siehe Tabelle 2c	Siehe Tabelle 2d	Siehe Tabelle 2e

2. Codierungstabellen für das Bestimmungsverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie:

a. Elektrode

Feld	D-02
Code-Nr.	Elektrode
0	Festkörperelektrode
1	Glaselektrode
2	Matrixelektroden (Austauscherelektroden)
3	Gassensitive Elektrode
4	Metallelektrode

b. Verfahren

Feld	D-03
Code-Nr.	Verfahren
0	Batch
1	Cont. flow

c. Kalibrationsverfahren

Feld	D-04
Code-Nr.	Kalibrationsverfahren
1	Im linearen Bereich der Kennlinie 2-Punkte
2	Im linearen Bereich der Kennlinie mehr als 2-Punkte
3	Im nichtlinearen Bereich der Kennlinie 2-Punkte
4	Im nichtlinearen Bereich der Kennlinie mehr als 2-Punkte
5	Standardaddition

d. Temperaturkompensation

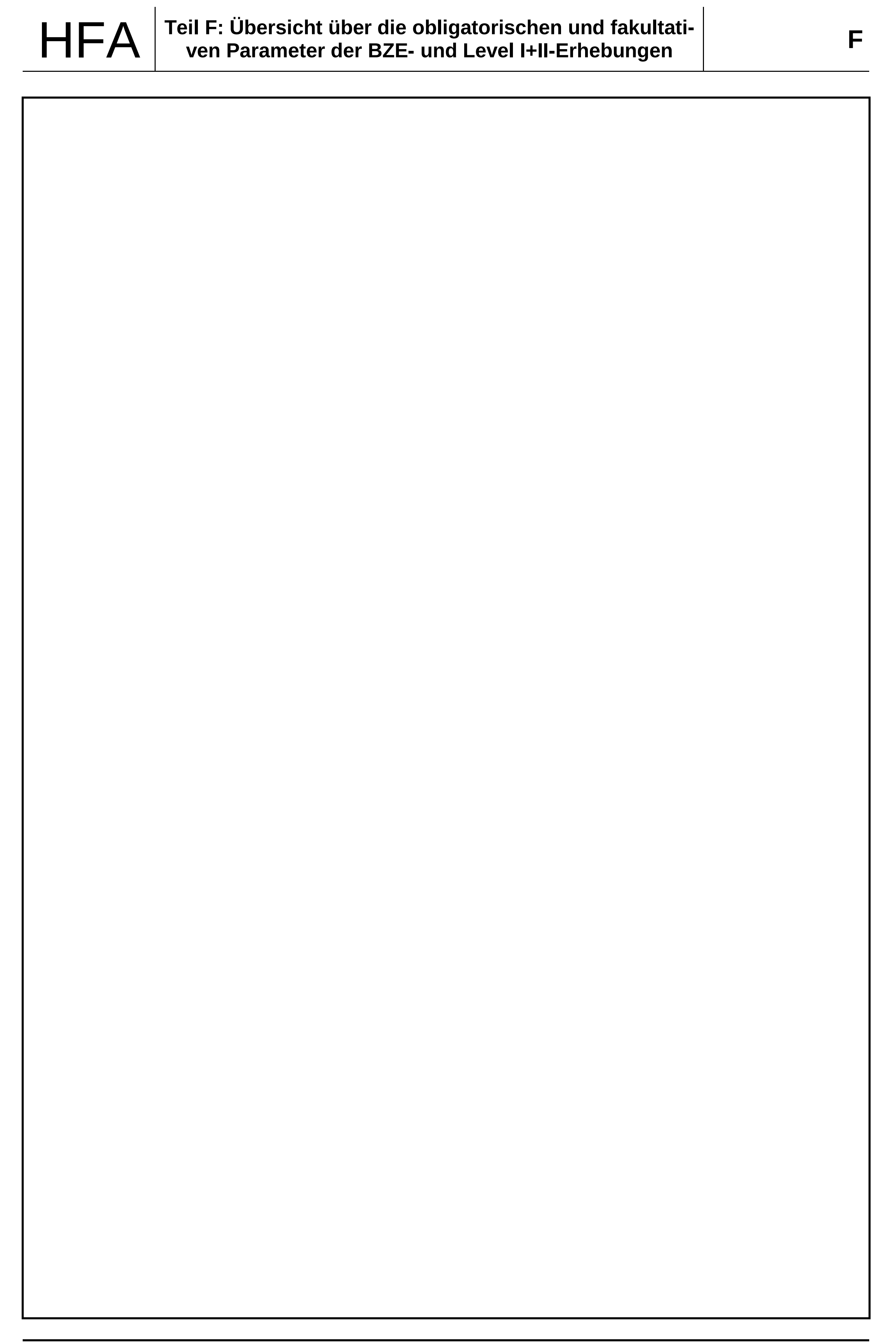
Feld	D-05
Code-Nr.	**Temperaturkompensation**
1	thermostatisiert
2	berechnet auf eine bestimmte Temperatur

e.Probenkonditionierung

Feld	D-06
Code-Nr.	**Probenkonditionierung**
1	ISA Ionic Strenght Adjustor
2	TISAB Totol Ionic Strenght Adjustment Buffer

Boden Humus	Inhaltsverzeichnis Teil F	BZE Level I+II

F. Übersicht über die optionalen und fakultativen Parameter der BZE- und Level I+II-Erhebungen



Boden Humus	Übersicht über die obligatorischen und fakultativen Parameter der BZE(2)-Erhebungen	BZE (2)

In der nachfolgenden Tabelle sind die bei der BZE 2 in den jeweiligen Tiefenstufen zu erhebenden Parameter und die anzuwendenden Methoden des HFA aufgelistet. Dabei steht O für obligatorische und F für fakultative Parameter (- = Erfassung nicht vorgesehen).

Anmerkungen zur Tabelle:

[1] Trennung der Lagen obligatorisch, wenn Of / Oh > 1 cm, sofern eine Trennung länderseits vorgesehen ist
[2] wenn Beprobung möglich
[3] alte Messwerte können übernommen werden
[4] Messung oder Schätzung zulässig
[8] gekalkte Probe oder $pH_{(H2O)}$ > 5,5
[9] $pH_{(H2O)}$ > 6,2
[11] national abgeleiteter Wert; für EU kann gemessen werden
[13] Bestimmung der Austauschkapazität in der Humusauflage nach eigens für die BZE 2 entwickeltem Verfahren
[14] Bestimmung der Austauschkapazität im Bodenskelett nach eigens für die BZE 2 entwickeltem Verfahren
[15] Laboranalyse erfolgt durch die BGR
[16] an ausgewählten Punkten analysiert die BGR horizontbezogen (nur Haupthorizonte)
[17] eine Probe aus einer der drei Tiefenstufen des Oberbodens (idealerweise 5 – 10 cm)
[18] eine Probe aus einer der beiden Tiefenstufen des Unterbodens
[19] wenn Tiefenstufe 60 - 90 cm nicht zu beproben
[20] an ausgewählten Punkten analysiert UBA
[21] Silizium lässt sich nicht aus dem Aufschluss HFA A3.3.1 bestimmen. Eine Berechnung von Si ist allerdings auf Basis der Elementgehalte der ICP- / AAS-Messungen möglich, sofern die Gehalte von Carbonat, Corg und möglichst auch Wasserstoff vorliegen.
[23] bei pH-Wert (H_2O) > 6,2 und Carbonaten wird die AK_e bestimmt

Parameter	HFA	Auflagehorizonte			Tiefenstufe im Mineralboden [cm]						
		L	Of	Oh[1]	0-5	5-10	10-30	30-60	60-90	90-140 [2]	>140 [2]
Bodenphysikalische Parameter											
Trockenrohdichte des Gesamtbodens[3]	A2.7	F	-	-	O	O	O	O [4]	O [4]	F	F
Feinbodenvorrat [24]	A2.8	F	-	-	O	O	O	O	O	F	F
Korngrößenverteilung[3]	A2.5	F	-	-	O	O	O	O	O	F	F
Auflagehumusvorrat	A2.6	O	O	O	-	-	-	-	-	-	-
Wassergehalt: Auflagehumus	A2.1	O	O	O	-	-	-	-	-	-	-
Mineralboden	A2.1	-	-	-	F	F	F	F	F	F	F
Bodenchemische Parameter											
$pH_{(H2O)}$-Wert	A3.1.1.2	F	O	O	O	O	O	O	O	F	F
$pH_{(KCl)}$-Wert	A3.1.1.4	F	O	O	O	O	O	O	O	F	F
$pH_{(CaCl2)}$-Wert	A3.1.1.7	F	O	O	O	O	O	O	O	F	F
Organischer Kohlenstoff	D31.1 D31.2	F	O	O	O	O	O	O	F	F	F
Gesamtstickstoff	D58.1 D58.2	F	O	O	O	O	O	O	F	F	F
Carbonatgehalt	D31.3	F[8]	O [8]	O [8]	O [9]	O [9]	O [9]	O [9]	O [9]	F	F
Freie Azidität [11]	-	F	O	O	O	O	O	O	O	F	F
Austauschbare Kationen: - Humusauflage	A3.2.1.9	F [13]	O [13]	O [13]	-	-	-	-	-	-	-
- Mineralboden: = pH < 6,2: AK_e = pH > 6,2: AK_t [23]	A3.2.1.1 A3.2.1.2	-	-	-	O	O	O	O	O	F	F
- Bodenskelett	A3.2.1.10		-	-	-	-	F [14]	F [14]	F [14]	-	-
Königswasser-aufschluss: Ca, K, Mg, Mn, P	A3.3.3	F	O	O	O[15]	O [15]	F	F	F	F	F
Cd, Cu, Pb, Zn	A3.3.3	F	O	O	O [15]	O [15]			O [16]		
Al, Fe, Na, S	A3.3.3	F	O	O	O [15]	O [15]	F	F	F	-	-
Cr, Hg, Ni	A3.3.3	F	F	F	O [15]	O [15]			O [16]		
As	A3.3.3	F	F	F	O [15]	O [15]			O [16]		
Gesamtaufschluss: Al, Ca, Fe, Mg, Mn, Na, P, S, K, As, Cd, Cu, Cr, Ni, Pb, Hg, Si[21]	A3.3.1	F	F	F	F [17]	F [17]	F [17]	F [18]	F [18]	-	-
1:2-Extrakt: $N\text{-}NO_3$	A3.2.2.1	-	-	-	-	-	-	O [19]	O	-	-
Ca, K, Mg, Na, pH, Al, Mn, Fe, Cl, $S\text{-}SO_4$, DOC, N_{ges}, $N\text{-}NH_4$,	A3.2.2.1	-	-	-	-	-	-	F [19]	F	-	-
Organika [20]	-	-	O	O	O	O	-	-	-	-	-
Reaktives Fe / Al	A3.2.3.1	-		-	-	-	-	-	-	-	-

Boden Humus	Übersicht über die obligatorischen und fakultativen Parameter der Level I (2) (BioSoil)-Erhebung	Level I (2) BioSoil

In der nachfolgenden Tabelle sind die bei der Level I(2)-[BioSoil]-Erhebung in den jeweiligen Tiefenstufen zu erhebenden Parameter und die anzuwendenden Methoden des HFA aufgelistet. Dabei steht O für obligatorische und F für fakultative Parameter (- = Erfassung nicht vorgesehen). Im Rahmen des EU-Demonstrationsvorhabens BioSoil sind obligatorisch auch Parameter zu bestimmen, die nach derzeit geltendem ICP Forests Manual (2006) fakultativ (F) sind. Zum Beispiel sind für BioSoil die Messungen der pH–Werte und der Ak_e bis 80 cm Bodentiefe obligatorisch.

Anmerkungen zur Tabelle:

[1] Trennung der Lagen obligatorisch, wenn Of / Oh > 1 cm, sofern eine Trennung länderseits vorgesehen ist

[3] alte Messwerte können übernommen werden

[5] in steinarmen Böden ist eine Erhebung verpflichtend

[6] Pedotransferfunktionen bei der EU zulässig

[7] bei BioSoil ist die Fingerprobe zur Schätzung der Bodenart und des Tongehaltes zulässig, Schluff- und Sandanteil sind fakultativ

[10] $pH_{(CaCl2)}$ > 6,0 im Mineralboden; $pH_{(CaCl2)}$ > 5,5 in Auflage

[11] national abgeleiteter Wert; für EU kann gemessen werden

[12] in kalkhaltigen Böden fakultativ

[22] laut ICP Forests Manual (2006) fakultativ, laut ICP Manual (2003) nicht gefordert

[23] bei pH(H2O)-Werten > 6,2 und carbonathaltigen Böden wird die Akt (nicht AKe) durchgeführt

[24] laut ICP-Forests Manual (2006) sind Grobbodenanteil und TRD des Feinbodens zu bestimmen

[25] notwendig für WRB - Klassifikation: siehe BFH Arbeitsbericht 2/2006 S. 109-111

Parameter	HFA	Auflage-horizonte		Tiefenstufe im Mineralboden [cm]			
		L	F+H [1]	0-10	10-20	20-40	40-80
Bodenphysikalische Parameter							
Trockenrohdichte des Gesamtbodens[3]	A2.7	-	-	O [5, 6]	F [6]	F [6]	F [6]
Feinbodenvorrat [24]	A2.8	-	-	O [3, 24]	F [3, 24]	F [3, 24]	F [3, 24]
Korngrößenverteilung[3,7]	A2.5	-	-	O	O	F	F
Auflagehumusvorrat	A2.6	F	O	-	-	-	-
Wassergehalt: Auflagehumus	A2.1	F	O	-	-	-	-
Mineralboden	A2.1	-	-	O	O	O	O
Bodenchemische Parameter							
$pH_{(H2O)}$-Wert	A3.1.1.2	-	F [22]	F [22]	F	F	F
$pH_{(KCl)}$-Wert	-	-	-	-	-	-	-
$pH_{(CaCl2)}$-Wert	A3.1.1.7	-	O	O	O	F	F
Organischer Kohlenstoff	D3.1.2	-	O	O	O	F	F
Gesamtstickstoff	D5.8.1	-	O	O	O	F	F
Carbonatgehalt	D3.1.3	-	O [10]	O [10]	O [10]	F [10]	F [10]
Freie Azidität [11]	-	-	O [12]	O	O	F	F
Austauschbare Kationen: - Humusauflage	A3.2.1.3	-	O [12]	-	-	-	-
- Mineralboden:	A3.2.1.3 A3.2.1.3	-	-	O [12]	O [12]	F [23]	F [23]
- Bodenskelett	-	-	-	-	-	-	-
Königswasser-aufschluss: Ca, K, Mg, Mn, P	A3.3.3	F	O	F	F	F	F
Cd, Cu, Pb, Zn	A3.3.3	F	O	O	-	-	-
Al, Fe, Na, S	A3.3.3	F	F	F	-	-	-
Cr, Hg, Ni	A3.3.3	F	F	F	-	-	-
As	-	-	-	-	-	-	-
Gesamtaufschluss: Al, Ca, Fe, Mg, Mn, Na, P, S, K, As, Cd, Cu, Cr, Ni, Pb, Hg, Si	-	-	-	-	-	-	-
1:2-Extrakt: Ca, K, Mg, Na, pH, Al, Mn, Fe, Cl, S-SO_4, DOC, N_{ges}, N-NH_4, N-NO_3,	-	-	-	-	-	-	-
Organika [20]	-	-	-	-	-	-	-
Reaktives Fe / Al	A3.2.3.1	-	-	F	F	F	F